

This is a digital copy of a book that was preserved for generations on library shelves before it was carefully scanned by Google as part of a project to make the world's books discoverable online.

It has survived long enough for the copyright to expire and the book to enter the public domain. A public domain book is one that was never subject to copyright or whose legal copyright term has expired. Whether a book is in the public domain may vary country to country. Public domain books are our gateways to the past, representing a wealth of history, culture and knowledge that's often difficult to discover.

Marks, notations and other marginalia present in the original volume will appear in this file - a reminder of this book's long journey from the publisher to a library and finally to you.

Usage guidelines

Google is proud to partner with libraries to digitize public domain materials and make them widely accessible. Public domain books belong to the public and we are merely their custodians. Nevertheless, this work is expensive, so in order to keep providing this resource, we have taken steps to prevent abuse by commercial parties, including placing technical restrictions on automated querying.

We also ask that you:

+ *Make non-commercial use of the files* We designed Google Book Search for use by individuals, and we request that you use these files for personal, non-commercial purposes.

+ *Refrain from automated querying* Do not send automated queries of any sort to Google's system: If you are conducting research on machine translation, optical character recognition or other areas where access to a large amount of text is helpful, please contact us. We encourage the use of public domain materials for these purposes and may be able to help.

+ *Maintain attribution* The Google "watermark" you see on each file is essential for informing people about this project and helping them find additional materials through Google Book Search. Please do not remove it.

+ *Keep it legal* Whatever your use, remember that you are responsible for ensuring that what you are doing is legal. Do not assume that just because we believe a book is in the public domain for users in the United States, that the work is also in the public domain for users in other countries. Whether a book is still in copyright varies from country to country, and we can't offer guidance on whether any specific use of any specific book is allowed. Please do not assume that a book's appearance in Google Book Search means it can be used in any manner anywhere in the world. Copyright infringement liability can be quite severe.

About Google Book Search

Google's mission is to organize the world's information and to make it universally accessible and useful. Google Book Search helps readers discover the world's books while helping authors and publishers reach new audiences. You can search through the full text of this book on the web at `http://books.google.com/`



A propos de ce livre

Ceci est une copie numérique d'un ouvrage conservé depuis des générations dans les rayonnages d'une bibliothèque avant d'être numérisé avec précaution par Google dans le cadre d'un projet visant à permettre aux internautes de découvrir l'ensemble du patrimoine littéraire mondial en ligne.

Ce livre étant relativement ancien, il n'est plus protégé par la loi sur les droits d'auteur et appartient à présent au domaine public. L'expression "appartenir au domaine public" signifie que le livre en question n'a jamais été soumis aux droits d'auteur ou que ses droits légaux sont arrivés à expiration. Les conditions requises pour qu'un livre tombe dans le domaine public peuvent varier d'un pays à l'autre. Les livres libres de droit sont autant de liens avec le passé. Ils sont les témoins de la richesse de notre histoire, de notre patrimoine culturel et de la connaissance humaine et sont trop souvent difficilement accessibles au public.

Les notes de bas de page et autres annotations en marge du texte présentes dans le volume original sont reprises dans ce fichier, comme un souvenir du long chemin parcouru par l'ouvrage depuis la maison d'édition en passant par la bibliothèque pour finalement se retrouver entre vos mains.

Consignes d'utilisation

Google est fier de travailler en partenariat avec des bibliothèques à la numérisation des ouvrages appartenant au domaine public et de les rendre ainsi accessibles à tous. Ces livres sont en effet la propriété de tous et de toutes et nous sommes tout simplement les gardiens de ce patrimoine. Il s'agit toutefois d'un projet coûteux. Par conséquent et en vue de poursuivre la diffusion de ces ressources inépuisables, nous avons pris les dispositions nécessaires afin de prévenir les éventuels abus auxquels pourraient se livrer des sites marchands tiers, notamment en instaurant des contraintes techniques relatives aux requêtes automatisées.

Nous vous demandons également de:

+ *Ne pas utiliser les fichiers à des fins commerciales* Nous avons conçu le programme Google Recherche de Livres à l'usage des particuliers. Nous vous demandons donc d'utiliser uniquement ces fichiers à des fins personnelles. Ils ne sauraient en effet être employés dans un quelconque but commercial.

+ *Ne pas procéder à des requêtes automatisées* N'envoyez aucune requête automatisée quelle qu'elle soit au système Google. Si vous effectuez des recherches concernant les logiciels de traduction, la reconnaissance optique de caractères ou tout autre domaine nécessitant de disposer d'importantes quantités de texte, n'hésitez pas à nous contacter. Nous encourageons pour la réalisation de ce type de travaux l'utilisation des ouvrages et documents appartenant au domaine public et serions heureux de vous être utile.

+ *Ne pas supprimer l'attribution* Le filigrane Google contenu dans chaque fichier est indispensable pour informer les internautes de notre projet et leur permettre d'accéder à davantage de documents par l'intermédiaire du Programme Google Recherche de Livres. Ne le supprimez en aucun cas.

+ *Rester dans la légalité* Quelle que soit l'utilisation que vous comptez faire des fichiers, n'oubliez pas qu'il est de votre responsabilité de veiller à respecter la loi. Si un ouvrage appartient au domaine public américain, n'en déduisez pas pour autant qu'il en va de même dans les autres pays. La durée légale des droits d'auteur d'un livre varie d'un pays à l'autre. Nous ne sommes donc pas en mesure de répertorier les ouvrages dont l'utilisation est autorisée et ceux dont elle ne l'est pas. Ne croyez pas que le simple fait d'afficher un livre sur Google Recherche de Livres signifie que celui-ci peut être utilisé de quelque façon que ce soit dans le monde entier. La condamnation à laquelle vous vous exposeriez en cas de violation des droits d'auteur peut être sévère.

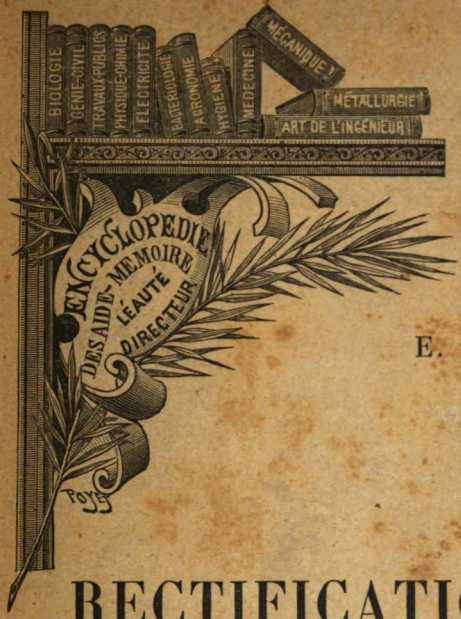
À propos du service Google Recherche de Livres

En favorisant la recherche et l'accès à un nombre croissant de livres disponibles dans de nombreuses langues, dont le français, Google souhaite contribuer à promouvoir la diversité culturelle grâce à Google Recherche de Livres. En effet, le Programme Google Recherche de Livres permet aux internautes de découvrir le patrimoine littéraire mondial, tout en aidant les auteurs et les éditeurs à élargir leur public. Vous pouvez effectuer des recherches en ligne dans le texte intégral de cet ouvrage à l'adresse `http://books.google.com`

Digitized by Google

Digitized by Google

Digitized by Google



Section de l'Ingénieur

E. SOREL

RECTIFICATION

DE L'ALCOOL

GAUTHIER-VILLARS ET FILS

G. MASSON

Digitized by Google

ENCYCLOPÉDIE SCIENTIFIQUE DES AIDE-MÉMOIRE

...s les pl... ...ement de 10 %
...mentés temp...
sur le prix marqué

COLLABORATEURS

Section de l'Ingénieur

MM.	MM.	MM.
Alain-Abadie.	Godard.	Matignon.
Alheilig.	Gossot (Commt).	Meyer (Ernest).
Armengaud jeune.	Gouilly.	Michel-Lévy.
Arnaud.	Grimaux.	Minel (P.).
Bassot (Colonel).	Grouvelle (Jules).	Minet (Ad.).
Baume-Pluvinel(dela).	Guenez.	Moëssard (Commt).
Bérard (A.).	Guillaume (Ch.-Ed.).	Moissan.
Bergeron (J.).	Guilloux.	Monnier.
Berthelot.	Guye (Ph.-A.).	Moreau (Aug.).
Bertin.	Guyou (Commt).	Naudin (Laurent).
Biglia.	Hatt.	Ouvrard.
Billy (Ed. de).	Hébert.	Perrin.
Bloch (Fr.).	Hennebert (Cl).	Perrotin.
Blondel.	Hérisson.	Picou (R.-V.).
Boire (Em.).	Hospitalier (E.).	Poulet (J.).
Boucheron (H.).	Hubert (H.).	Prudhomme.
Candlot.	Hutin.	Rateau.
Caspari.	Jacométy.	Resal (J.).
Charpy (G.).	Jacquet (Louis).	Ricaud.
Clugnet.	Jean (Ferdinand).	Rocques-Desvallées.
Croneau.	Labrousse.	Rouché.
Damour.	Launay (de).	Sarrau.
Defforges (Commt).	Laurent (H.).	Sauvage.
Delafond.	Lavergne (Gérard).	Schlœsing fils (Th.).
Dudebout.	Léauté (H.).	Schützenberger.
Duquesnay.	Le Chatelier (H.).	Seyrig (T.).
Durin.	Lecomte.	Sinigaglia.
Dwelshauvers-Dery.	Leloutre.	Sorel.
Etard.	Lenicque.	Trillat.
Fabre (C.).	Le Verrier.	Urbain.
Fourment.	Lindet (L.).	Vallier (Commt).
Fribourg (Commt).	Lippmann (G.).	Vermand.
Frouin.	Lumière (A.).	Viaris (de).
Garnier.	Lumière (L.).	Vivet (L.).
Gassaud.	Madamet (A.).	Wallon (E.).
Gautier (Armand).	Magnier de la Source.	Widmann.
Gautier (Henri).	Marchena (de).	Witz (Aimé).
	Margerie.	

Digitized by Google

ENCYCLOPÉDIE SCIENTIFIQUE

DES

AIDE-MÉMOIRE

PUBLIÉE

SOUS LA DIRECTION DE M. LÉAUTÉ, MEMBRE DE L'INSTITUT

SOREL — La rectification de l'alcool 1

Digitized by Google

Ce volume est une publication de l'Encyclopédie scientifique des Aide-Mémoire ; F. Lafargue, ancien élève de l'École Polytechnique, Secrétaire général, 46, rue Jouffroy (boulevard Malesherbes), Paris.

N° 85 A.

Digitized by Google

ENCYCLOPÉDIE SCIENTIFIQUE DES AIDE-MÉMOIRE

PUBLIÉE SOUS LA DIRECTION

DE M. LÉAUTÉ, MEMBRE DE L'INSTITUT.

LA

RECTIFICATION DE L'ALCOOL

PAR

ERNEST SOREL

Ancien Ingénieur des Manufactures de l'État



PARIS

GAUTHIER-VILLARS ET FILS, IMPRIMEURS-ÉDITEURS, Quai des Grands-Augustins, 55

G. MASSON, ÉDITEUR, LIBRAIRE DE L'ACADÉMIE DE MÉDECINE, Boulevard Saint-Germain, 120

(Tous droits réservés)



Digitized by Google

Digitized by Google

AVANT-PROPOS

—

Il serait actuellement impossible de fournir des données générales sur la rectification, c'est-à-dire sur la séparation des éléments d'un mélange quelconque.

Ainsi qu'on le verra, en se reportant aux premiers chapitres de l'ouvrage que prépare l'auteur de cette étude sur la distillation, il y a des cas où la rectification est impossible sans l'emploi préalable de distillations fractionnées. Nous nous contenterons de citer à l'appui de cette assertion le cas des hydrures de carbone accompagnés d'eau.

Une théorie générale de la rectification suppose la connaissance de données physiques dont beaucoup nous manquent actuellement.

Au lieu donc de donner une théorie générale où le vague des explications eût suppléé au manque de données précises, l'auteur a cru faire œuvre plus utile en prenant un cas spécial où

Digitized by Google

les données sont suffisantes pour qu'on puisse faire une étude complète.

C'est dans cet ordre d'idées qu'il a choisi comme type la rectification de l'alcool, qui fait d'ailleurs l'objet d'une industrie très importante.

Quelques lecteurs lui reprocheront peut être un trop grand luxe de calculs. Il s'est cependant attaché à les simplifier le plus possible; et à côté des déductions théoriques il a donné des résultats expérimentaux pour les confirmer et à la rigueur leur suppléer.

Au reste, un chapitre spécial résume tous les résultats du calcul.

La table de Gröning est généralement employée pour déterminer la richesse des vapeurs produites par un mélange alcoolique donné, et la température d'ébullition du mélange. Dans une communication à l'Académie des sciences, l'auteur a montré qu'elle conduit à des résultats erronés et trop forts, il a dû la rétablir.

Digitized by Google

PREMIÈRE PARTIE

CHAPITRE PREMIER

GÉNÉRALITÉS
DISTILLATION ET RECTIFICATION

Le but de la distillation est la fabrication de l'*alcool* et des liqueurs *alcooliques*. Cet alcool est produit par la fermentation de sucres existant tout formés dans les matières mises en œuvre, ou obtenus indirectement au moyen de matières amylacées ou autres.

Suivant la disposition des appareils employés, on retire des matières fermentées des produits plus ou moins riches en alcool. Mais, à côté de l'alcool et de l'eau, existent toujours des produits secondaires, dont la nature et la quantité dépendent à la fois des matières premières mises en œuvre, des soins apportés à la fermentation et à la distillation.

Digitized by Google

Ces produits secondaires peuvent être d'un arome fin et agréable, qui les fait rechercher par le consommateur, et ce serait une erreur à la fois économique et gastronomique de chercher à les éliminer. On se contente alors de concentrer l'alcool chargé de ces sous-produits jusqu'au degré demandé par la consommation, et de laisser dans les résidus de la seconde distillation quelques corps à odeur et goûts désagréables qui altéraient la finesse du produit primitif.

C'est ainsi que l'on obtient les eaux-de-vie fines, le rhum, le wisky, le gin, les eaux-de-vie de fruits, etc.

Mais ces liqueurs alcooliques ne constituent, somme toute, qu'une faible partie de la production de l'alcool. Les distilleries agricoles et industrielles qui travaillent les pommes de terre, les grains, les betteraves, les mélasses de betteraves, etc., ne livrent, comme produits de première distillation ou *flegmes*, que des liquides alcooliques accompagnés de matières étrangères dont l'odeur et le goût sont des plus désagréables, et dont un certain nombre sont nuisibles à la santé.

De ces flegmes on n'a qu'un parti à tirer : c'est d'éliminer ces impuretés pour obtenir un produit se rapprochant le plus possible de l'al-

Digitized by Google

cool *éthylique pur*. Tel est le but de la *rectification industrielle*.

L'alcool éthylique pur est une substance parfaitement définie composée de carbone, d'hydrogène et d'oxygène dans la proportion de :

Carbone.	52,17
Hydrogène.	13,04
Oxygène.	34,79
Total	100,00

et correspondant à la formule C^2H^6O.

Si donc on arrive à éliminer complètement toutes les impuretés, l'alcool sera toujours identique à lui-même, quelle que soit sa provenance ; sa qualité sera toujours la même, lorsqu'une parfaite rectification en aura éliminé les corps étrangers.

Une seule matière ne peut en être séparée complètement, autrement que par des procédés de laboratoire : c'est l'eau. L'industrie ne peut, par les procédés de la rectification, obtenir de l'alcool contenant pratiquement moins de 2,5 à 3 % d'eau. Mais l'eau distillée n'est pas une impureté au point de vue hygiénique.

Le but de la rectification est donc de retirer des *flegmes* un mélange d'eau et d'alcool ne con-

Digitized by Google

tenant que ces deux corps. Plus le mélange sera pur, et moins sa production aura entraîné de dépenses, plus l'appareil qui l'aura fourni sera parfait.

Un mélange d'eau et d'alcool purs introduit en quantité exagérée dans l'économie est certainement nuisible à la santé, tandis que l'usage modéré d'un tel mélange est souvent recommandable. Mais l'absorption journalière d'un même volume d'alcool produira des effets favorables ou ruinera rapidement la santé suivant que le liquide ingéré sera pur ou mélangé de matières étrangères en dissolution : c'est-à-dire suivant que l'alcool aura été parfaitement ou incomplètement rectifié. C'est un fait indéniable, tant il a été vérifié et contrôlé par les principaux hygiénistes et physiologistes français et étrangers.

C'est un devoir pour le législateur et le philanthrope de lutter contre l'abus de l'alcool sous toutes ses formes, le producteur n'a rien à voir dans cette question ; mais il lui appartient, s'il respecte son industrie, de ne livrer à la consommation que des produits purs, exempts de toute matière nocive. Ce problème est résolu par la rectification bien conduite, pourvu que le type d'appareils soit bien choisi.

Résumons-nous : car il existe encore une con-

Digitized by Google

fusion notable sur cette question vitale pour les nations modernes.

A coup sûr, l'abus de l'alcool est mauvais par lui-même ; mais ce qui rend si néfaste l'extension de l'alcoolisme, c'est l'existence dans les produits alcooliques vendus au public de produits éminemment nocifs. Or ces produits peuvent et doivent être éliminés et nous possédons des moyens pratiques pour le faire.

Quelles que soient les matières alcoolisables mises en œuvre : grains, mélasses de betterave ou de canne, betteraves, pommes de terre, etc., quel que soit le procédé de saccharification et de fermentation adopté, et le type d'appareil distillatoire employé, les fabricants d'alcool peuvent arriver à la production d'alcools extra-fins et purs par une rectification parfaite. Il suffit de le vouloir et d'employer des appareils convenables.

Digitized by Google

CHAPITRE II

—

COMMENT RECTIFIE-T-ON ? DIFFICULTÉS DE LA RECTIFICATION

Ce n'est évidemment pas chose facile que de rectifier parfaitement l'alcool et cela dans des conditions économiques, tout en obtenant le maximum de rendement. Aussi voyons-nous varier notablement d'une usine à l'autre, suivant l'origine des flegmes et la nature des appareils employés : 1° la valeur et la pureté de l'alcool rectifié ; 2° le rendement en alcool réellement pur obtenu du premier jet ; 3° le temps employé pour rectifier un volume déterminé de flegmes ; 4° la dépense nécessaire pour obtenir un hectolitre d'alcool rectifié.

Un bon appareil à rectifier doit donner la per-

Digitized by Google

fection et le rendement maximum au meilleur marché possible, avec la moindre dépense de charbon et d'eau. Il peut revenir à un prix élevé comme dépense de premier établissement et cependant être très économique s'il permet de réduire les dépenses journalières.

La question à résoudre pour obtenir une bonne rectification et tirer d'un flegme donné un alcool pur est certes très délicate, car les corps à éliminer peuvent s'appeler légion et de plus ils ont, comme tous les corps organiques, une grande tendance à se modifier sous les plus légères influences et à se transformer par leur contact réciproque, sous l'action du temps et de la chaleur. C'est déjà un problème difficile de purifier un composé minéral, combien est-il plus difficile encore de purifier un composé organique ! c'est ce que savent tous les chimistes. Dans les laboratoires de recherches on fait fi de la quantité obtenue et du prix de revient pour arriver à la pureté absolue ; mais l'industriel ne peut jouer ni avec le rendement, ni avec le prix de revient, et il faut qu'il obtienne cependant un produit pur.

Les principaux corps qui existent couramment dans les flegmes, sont :

L'aldéhyde acétique et les aldéhydes qui cor-

Digitized by Google

respondent aux divers alcools homologues de l'alcool éthylique ;

les premiers homologues de l'alcool éthylique : propylique, isobutylique, amylique de fermentation, caproïque, etc. ;

les acides provenant de l'oxydation de ces alcools ;

les éthers provenant de la réaction de ces acides sur les alcools ;

la glycérine, et parfois comme produit connexe l'acroléine ;

le furfurol ;

l'ammoniaque et nombre de bases organiques paraissant exister dans les flegmes comme produits de désassimilation de la levûre, etc., etc.

Tous ou presque tous ces corps peuvent réagir les uns sur les autres pour en produire de nouveaux, ils peuvent se dédoubler et se transformer sous l'action prolongée de l'eau et de la chaleur ; on a donc à lutter contre un véritable protée.

Si ces corps étaient anhydres, il y aurait déjà une grande difficulté à les séparer : la présence de l'eau vient, pour quelques-uns d'entre eux, compliquer encore le problème.

De nombreux procédés chimiques de traitement ont été successivement proposés et rejetés ;

Digitized by Google

finalement ils sont tous abandonnés et on le conçoit aisément en se reportant à l'énumération que nous venons de faire.

C'est donc à des procédés purement physiques que doit s'adresser le constructeur d'appareils de rectification, et ces procédés demandent une connaissance approfondie de lois physiques des plus délicates : solubilité des divers composés les uns dans les autres, tensions de vapeur des divers liquides mixtes, chaleurs spécifiques, chaleurs latentes de vaporisation, densité des vapeurs, rayonnement, etc. De cette connaissance approfondie, et du choix rigoureux des proportions à donner aux divers organes dépend le succès ou l'échec d'un appareil.

Une partie de ces données peuvent être déterminées dans le laboratoire des physiciens, mais bien peu de savants proprement dits s'en sont occupés, à cause peut-être des difficultés même de la question ou plutôt à cause de sa spécialité : le constructeur doit donc être doublé d'un observateur. D'autres données sont d'un ordre tel qu'elles ne peuvent être résolues par l'observation directe *in vitro*, et ce n'est qu'une expérience prolongée qui permet de trouver la solution.

Sans faire étalage de science, expliquons en

Digitized by Google

peu de mots en quoi consiste le mécanisme de la rectification.

Il repose sur ce que les vapeurs de la plupart des impuretés qui accompagnent l'alcool dans les flegmes sont diversement solubles dans l'alcool concentré et bouillant (1). Si un produit déterminé est peu soluble dans l'alcool concentré et bouillant, il est clair qu'un kilogramme de vapeur dégagée par le mélange en contiendra plus qu'un kilogramme du liquide bouillant ; si donc on distille le mélange, le taux du produit considéré ira en décroissant rapidement dans la chaudière et finalement il n'en restera plus qu'une quantité indosable. Mais on conçoit aussi que l'on aura dû sacrifier une notable proportion du liquide mis en œuvre pour arriver à cette élimination.

Au contraire, si la solubilité est très notable, il est clair qu'un kilogramme de la vapeur dégagée contiendra beaucoup moins de l'impureté considérée qu'un kilogramme du liquide bouillant ; il passera donc au début peu de cette im-

(1) Nous dirons pour simplifier qu'une impureté est peu soluble quand elle est difficilement retenue par le liquide et facilement entraînée par la vapeur ; il y a une analogie lointaine avec la solubilité des gaz, mais le mot topique manque en français.

Digitized by Google

pureté dans le produit condensé ; mais l'impureté se concentrant dans la chaudière, les vapeurs dégagées s'en chargeront de plus en plus ; d'autre part, le liquide s'épuisant d'alcool, la température s'élèvera, la solubilité diminuera et l'impureté envahira les vapeurs. Il pourra même arriver qu'elle soit entraînée en totalité avant que tout l'alcool soit extrait.

Ainsi par distillation simple d'un liquide riche en alcool, on peut, en sacrifiant une notable proportion d'alcool, éliminer du liquide restant et accumuler dans les *têtes* les produits peu solubles dans l'alcool concentré bouillant, mais on ne peut retenir complètement les *queues*.

En un mot, la distillation simple d'alcool déjà fort que les fabricants de liqueurs appellent improprement rectification, ne résout pas le problème de la purification absolue.

Digitized by Google

CHAPITRE III

—

THÉORIE DE LA RECTIFICATION

Voyons donc sur quoi repose et en quoi consiste la vraie rectification industrielle, et d'abord fixons bien nos données :

Nous avons parlé ci-dessus de la solubilité d'une impureté volatile dans un liquide bouillant. Il est probable, d'après quelques expériences, que cette solubilité ne peut pas être représentée d'une façon simple en fonction du taux $^0/_0$, quand le taux $^0/_0$ devient considérable, et que si on appelle σ, le poids d'une impureté considérée contenu dans un kilogramme de la vapeur; s, le poids de la même impureté contenu dans un kilogramme de liquide générateur, on

Digitized by Google

devrait représenter la relation entre σ et s par une relation compliquée de la forme :

$$\sigma = as + bs^2 + cs^3 + \ldots\ldots$$

Mais, dans le cas où nous nous trouvons, la valeur de s est généralement assez petite pour qu'on puisse s'en tenir au premier terme du développement et poser

$$\sigma = ks.$$

C'est du moins ce que l'auteur a trouvé pour les divers mélanges étudiés.

Comme, dans ce qui va suivre, nous rapportons la solubilité non aux volumes en présence, mais aux poids en présence, la valeur de K variera avec la pression, parce que les volumes en présence restant les mêmes, le poids des vapeurs en contact avec le liquide bouillant croîtra avec la pression ; mais surtout parce que la température d'ébullition variera, et parce que la constitution du mélange de vapeurs se modifiera à mesure que la pression et la température s'élèveront.

Mais, comme ici nous n'envisageons que les conditions de la pratique, et comme on travaille très sensiblement à la pression atmosphérique,

Digitized by Google

on peut donner à K la valeur observée sous la pression atmosphérique.

La valeur de K est fonction de la composition du liquide générateur ; elle variera donc avec la richesse de ce liquide en alcool. Cette variation peut être très considérable, comme le montre l'exemple suivant, tiré des expériences de l'auteur sur la distillation d'un mélange ternaire d'eau, alcool éthylique, alcool amylique de fermentation, ne contenant pas plus de 2 % d'alcool amylique :

Degrés Gay-Lussac du mélange	Rapport de l'alcool amylique dans les vapeurs, à l'alcool amylique dans le liquide
97°	0,225
90	0,30
80	0,34
70	0,54
60	0,80
50	1,20
40	1,92
30	3,00
28	3,32
25	5,55

Ceci posé, considérons ce qui se passe dans un rectificateur théorique :

Digitized by Google

Un courant de vapeurs alcooliques produit par l'ébullition d'un mélange d'eau et d'alcool impur contenu dans une chaudière, s'élève dans une colonne verticale. A la partie supérieure de cette colonne, une partie de la vapeur mixte se condense et redescend de haut en bas, en se divisant au contact des vapeurs ascendantes, de façon à se mettre en équilibre de température et de tension avec elles, une autre partie s'échappe et va à un réfrigérant où l'on recueille le liquide condensé. Nous verrons plus loin comment on réalise industriellement ces conditions.

Pour éviter de tenir compte de la température de l'alcool refluant du condenseur, nous considérerons que les premiers plateaux du haut du rectificateur font partie du condenseur, de sorte qu'il ne rentrera dans la colonne proprement dite que des liquides bouillants.

Appelons :

A, le poids d'alcool concentré rentrant par unité de temps dans la colonne proprement dite définie comme ci-dessus. Cet alcool est à la température d'ébullition ; S est le taux d'une impureté déterminée dans ces reflux ;

Digitized by Google

E, le poids d'alcool arrivant dans l'unité de temps à l'éprouvette ; Σ est le taux de la même impureté dans cet alcool ;

V_n, le poids de vapeurs passant dans l'unité de temps de l'étage n à l'étage $n - 1$;

P_n, le poids des liquides passant de l'unité de temps de l'étage n à l'étage $n + 1$;

K_n, la valeur du coefficient K pour l'étage n ;

s_n, le taux de l'impureté considérée dans les liquides de l'étage n ;

$\sigma_n = Ks_n$, le taux de la même impureté dans les vapeurs de l'étage n.

Une fois les plateaux de l'appareil chargés, comme la contenance de la colonne est relativement faible, vis-à-vis de celle de la chaudière, et comme, par suite, les variations de composition sont lentes, on peut écrire que pendant un temps suffisamment court, rien n'est changé à l'état relatif des plateaux, ou que tout ce qui entre dans un plateau sort à l'état de vapeurs allant à l'éprouvette, ou à l'état de rétrogradations redescendant vers la chaudière. On a donc la relation suivante :

$$V_{n+1} K_{n+1} s_{n+1} = E\Sigma_n + P_n s_n$$

Digitized by Google

qui peut s'écrire :

$$(1) \qquad s_n = \frac{V_{n+1}}{P_n} K_{n+1} s_{n+1} - \frac{E\Sigma}{P_n}.$$

La relation relative à l'étage immédiatement supérieur est :

$$(2) \qquad s_{n-1} = \frac{V_n}{P_{n-1}} K_n s_n - \frac{E\Sigma}{P_{n-1}}$$

et ainsi de suite ; d'où l'on déduit pour le plateau de rang x, la relation :

$$(3) \quad \left\{ \begin{array}{c} s_x P_x = s_n V_n K_n \times K_{x+1} \cdot K_{x+2} \ldots\ldots \\ \ldots\ldots K_{n-2} \cdot K_{n-1} \left(\frac{V}{P}\right)_{x+1} \left(\frac{V}{P}\right)_{x+2} \ldots\ldots \left(\frac{V}{P}\right)_{n-1} - \\ - E\Sigma \left\{ 1 + K_{x+1} \left(\frac{V}{P}\right)_{x+1} + \right. \\ + K_{x+1} \cdot K_{x+2} \left(\frac{V}{P}\right)_{x+1} \left(\frac{V}{P}\right)_{x+2} + \ldots\ldots \\ \ldots\ldots + K_{x+1} \cdot K_{x+2} \ldots K_{n-1} \left(\frac{V}{P}\right)_{x+1} \left(\frac{V}{P}\right)_{x+2} \ldots \left(\frac{V}{P}\right)_{n-1} \left. \right\} \end{array} \right.$$

relation qui indique comment varie l'impureté contenue dans le plateau de rang x, en fonction du nombre des plateaux, de l'impureté contenue dans le plateau du rang n, de celle

Digitized by Google

contenue dans l'alcool coulant à l'éprouvette, et des poids d'alcool coulant à l'éprouvette par rapport à l'alcool entrant dans le plateau de rang n.

Cette équation est certainement très compliquée, mais on peut la réduire à une forme plus simple, en embrassant uniquement la partie de la colonne occupée par de l'alcool au maximum de concentration compatible avec la construction de la colonne. Nous verrons en effet plus loin que, dans ce cas, le rapport $\frac{V}{P}$ sera sensiblement constant et, d'autre part, K le sera par définition. La formule se réduit donc à :

$$(4)\quad s_1 P_1 = s_n V_n K_n \times K^{n-1}\left(\frac{V}{P}\right)^{n-1} - E\Sigma\,\frac{K^n\left(\frac{V}{P}\right)^n - 1}{K\left(\frac{V}{P}\right) - 1}$$

ou, en posant :

$$P_1 = \alpha E$$
$$s_1 = \beta\Sigma\ (^1).$$

$$(5)\quad s_n V_n K_n \times K^{n-1}\left(\frac{V}{P}\right)^{n-1} = \left[\alpha\beta + \frac{K^n\left(\frac{V}{P}\right)^n - 1}{K\left(\frac{V}{P}\right) - 1}\right] E\Sigma$$

(1) D'après l'expérience β est très sensiblement égal à $\frac{1}{K}$.

Digitized by Google

Si $E\Sigma = s_n V_n K_n$, c'est-à-dire si la colonne de rectification ne retient pas l'impureté considérée, on a la relation :

$$(6) \quad K^{n-1}\left(\frac{V}{P}\right)^{n-1} + \alpha\beta K\frac{V}{P} - (1+\alpha\beta) = 0$$

équation qui a toujours une variation et, par conséquent, une racine positive.

Donc, quel que soit le nombre des plateaux, il y aura toujours une impureté qui traversera la colonne, comme si celle-ci n'existait pas.

D'autre part, le rapport $\frac{V}{P}$ est forcément plus grand que l'unité, sans cela rien ne sortirait à l'éprouvette, et nous verrons qu'il est d'autant plus voisin de l'unité que la composition des plateaux successifs est plus voisine de l'identité, ce qui ne peut avoir lieu que si les contenus sont au maximum de concentration. Par suite la valeur de K satisfaisant à l'équation (6) sera toujours inférieure à l'unité, mais se rapprochera d'autant plus de celle-ci que α et n seront plus grands et $\frac{V}{P}$ plus petit.

En d'autres termes, si les plateaux supérieurs de la colonne sont chargés d'alcool à très fort degré, pour que la colonne ne se surcharge pas dans la partie considérée d'impuretés dont la so-

Digitized by Google

lubilité est égale à l'unité, ou très voisine de l'unité, et les laisse passer, il faut que le nombre de plateaux soit grand.

D'autre part, toutes les impuretés pour lesquelles la valeur de K sera plus grande que la limite fournie par l'équation (6) passeront encore plus facilement ; par contre, les impuretés plus solubles seront seules retenues et d'autant plus que α et n seront plus grands et K plus petit.

Si nous prenons autrement l'équation (6), nous voyons qu'au lieu d'envisager séparément K et $\frac{V}{P}$, nous pouvons considérer K $\frac{V}{P}$ comme variable indépendante.

Nous pouvons donc dire que ce n'est pas la solubilité d'une impureté qui intervient seule, mais qu'un autre facteur intervient sensiblement avec la même importance, à savoir le rapport $\frac{V}{P}$, tout au moins pour tous les corps dont la solubilité dans l'alcool concentré et bouillant est voisine de l'unité. On comprend donc que les bonnes proportions de l'appareil ont une importance capitale dans l'épuration de l'alcool.

Nous voyons également que le nombre de plateaux maintenus à fort degré joue un rôle de premier ordre. On doit donc choisir de préférence les types d'appareils permettant de cons-

Digitized by Google

truire des colonnes de rectification munies d'un grand nombre de plateaux sans que ce nombre risque d'occasionner des dérangements de marche.

Si nous nous rappelons que β est très voisin de $\frac{1}{K}$, nous pouvons ramener l'équation (6) à la forme :

$$K^{n-1}\left(\frac{V}{P}\right)^{n-1} + \alpha\frac{V}{P} - \left(1 + \frac{\alpha}{K}\right) = 0$$

ou

$$K^{n}\left(\frac{V}{P}\right)^{n-1} + K\left(\alpha\frac{V}{P} - 1\right) - \alpha = 0.$$

Les valeurs de K pouvant résoudre cette équation sont plus petites que l'unité, puisque $\frac{V}{P}$ est plus grand que l'unité ainsi que nous l'avons vu. Pour que les valeurs de K soient les plus grandes possible, c'est-à-dire pour que la colonne retienne efficacement les impuretés de queue que l'on sépare par distillation simple d'un alcool très concentré, il faut que $\frac{V}{P}$ soit très petit et n très grand, ou que α soit très grand.

En d'autres termes, il faut *se condamner à une dépense de premier établissement relati-*

Digitized by Google

vement forte, et choisir un type d'appareils permettant d'employer utilement un grand nombre de plateaux, pour économiser sur la dépense journalière, ou *subir une dépense journalière considérable pour compenser une économie première.*

En effet, plus α est grand, plus il faut condenser d'alcool dans le haut de l'appareil pour rendre les rétrogradations considérables dans les divers plateaux; mais cet alcool condensé devant finalement repasser à l'état de vapeur, la dépense de charbon devient très grande.

Nous verrons un peu plus loin d'ailleurs comment varie α en fonction de la condensation dans la partie supérieure de l'appareil.

Ceci posé, revenons à l'équation (5) que nous pouvons écrire sous la forme :

$$s_n V_n K_n = E\Sigma \frac{K\frac{V}{P}}{K\frac{V}{P} - 1} + \frac{E\Sigma}{K^{n-1}\left(\frac{V}{P}\right)^{n-1}}\left(\alpha\beta - \frac{1}{\frac{KV}{P} - 1}\right)$$

Dans cette équation, nous supposons connu le régime de l'appareil, c'est-à-dire que nous connaissons $\frac{V}{P}$, E, α et β, et nous nous donnons la valeur de K.

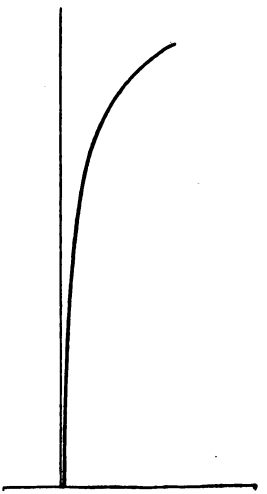
Digitized by Google

Supposons K très grand, et faisons varier n, la formule se réduira à

$$s_n V_n K_n = E\Sigma + E\Sigma \frac{\alpha\beta}{K^{n-1}\left(\frac{V}{P}\right)^{n-1}}.$$

C'est-à-dire que le premier plateau au-dessous de notre condenseur idéal recevant une quantité d'impuretés égale à $E\Sigma\left(1 + \frac{\alpha\beta}{K\frac{V}{P}}\right)$ aura la charge d'impuretés maxima, et que si le nombre de plateaux, chargés d'alcool au maximum de concentration, croît en progression arithmétique, la quantité d'impuretés passant dans le dernier plateau considéré est égale à la quantité qui passe à l'éprouvette augmentée d'une quantité qui décroît en progression géométrique (*fig.* 1) d'autant plus rapidement que K est plus grand.

Fig. 1



Si nous divisons par $V_n K_n$, nous avons le

Digitized by Google

taux de l'impureté dans le plateau considéré ; donc les plateaux inférieurs sont d'autant moins impurs que le nombre de plateaux est plus grand et la valeur de K plus grande, mais ce taux ne peut être nul tant que la chaudière contient l'impureté considérée.

Il a pour limite $\frac{E\Sigma}{V_n K_n}$. C'est ce que traduit la *fig.* 1.

Supposons $K\frac{V}{P} = 1$, c'est-à-dire $Ps = KVs$, il passe à travers chaque plateau, la même quantité d'impuretés dans un sens et dans l'autre : la valeur de s_n se présente sous une forme indéterminée, mais qui se réduit à :

$$s_n = \frac{E\Sigma}{K_n V_n}(\alpha\beta + n) \quad \text{ou} \quad s_n = E\Sigma P(\alpha\beta + n).$$

L'impureté est déjà une impureté de queue, et son taux croît en progression arithmétique avec le nombre des plateaux ; il faut donc un nombre très considérable de plateaux et une rétrogradation très grande pour retenir l'impureté considérée dans le bas de la colonne.

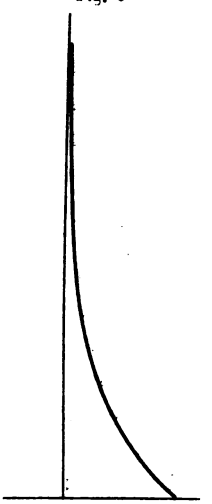
Digitized by Google

Supposons enfin K très petit, l'équation (5) se ramènera à la forme :

$$s_n V_n K_n = E\Sigma \left(\frac{\alpha\beta}{K^{n-1}\left(\frac{V}{P}\right)^{n-1}} + \frac{\frac{KV}{P} - 1}{K\frac{V}{P} - 1} - \frac{1}{K^{n-1}\left(\frac{V}{P}\right)^{n-1}\left(\frac{KV}{P} - 1\right)} \right);$$

le second terme sera négatif et très petit, on pourra le négliger dans la plupart des cas, les autres seront positifs et croîtront très vite avec n et on verra que le taux s_n de l'impureté considérée ira en croissant en progression géométrique, lorsque n croît en progression arithmétique.

Fig. 2



La *fig.* 2 représente l'allure du phénomène.

Enfin entre ces deux cas extrêmes se présentera forcément le cas où la courbe sera remplacée par une droite verticale, c'est-à-dire où la colonne ne retient rien, quel que soit le nombre de plateaux.

Digitized by Google

Dans tout ce qui précède nous n'avons envisagé, pour plus de simplicité, que ce qui se passe dans les étages supérieurs de la colonne de rectification chargés tous d'alcool au maximum de concentration ; il est facile de prévoir ce qui se passe dans les étages situés au-dessous.

Dès que la richesse alcoolique diminue, la valeur de K augmente, tantôt lentement, tantôt rapidement, suivant le corps considéré ; nous verrons plus loin qu'en même temps la valeur de $\frac{V}{P}$ croît ; les courbes représentatives des *fig.* 1 et 2 subissent donc une modification notable.

Pour la *fig.* 1, correspondant à des valeurs de K toujours supérieures à l'unité, la courbe continue à se rapprocher de la verticale limite, mais plus rapidement que dans le cas simple considéré d'abord ; l'épuisement des plateaux inférieurs est donc rapide.

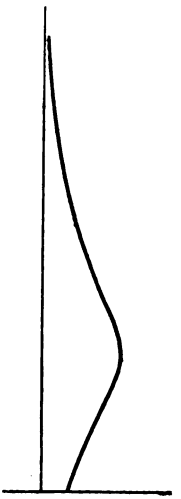
Pour la *fig.* 2, correspondant à des valeurs de K toujours inférieures à l'unité, la courbe continue à s'éloigner de la verticale, mais de plus en plus lentement, à mesure que la concentration diminue et que K augmente, tout en se rapprochant de l'unité : les corps de *queue* sont encore retenus, quoique de plus en plus faiblement.

Mais il existe des corps, comme l'alcool amy-

Digitized by Google

lique, pour lesquels la valeur de K est notablement plus petite que l'unité en présence d'alcool concentré, tandis qu'elle devient notablement plus grande, dès que l'alcool commence à être étendu.

Fig. 3



Ces corps se comportent donc suivant le diagramme de la *fig.* 2 dans la partie supérieure de la colonne, suivant le diagramme de la *fig.* 1 dans la partie inférieure. Il en résulte que ramenés de haut en bas dans les plateaux inférieurs ils tendent à s'accumuler dans une région déterminée de la colonne, et que le taux de ces impuretés peut être représenté par le diagramme représenté par la *fig.* 3.

Ces corps s'accumulant dans une série de plateaux de la colonne, c'est la partie occupée par eux, et non la chaudière, qui constitue la zone dangereuse, et il n'y a que la portion de la colonne située au-dessus de cette zone qui soit réellement utile pour la rectification.

Digitized by Google

CHAPITRE IV

—

LA RECTIFICATION DISCONTINUE

Ces préliminaires établis, il est facile de se rendre compte de ce qui se passe dans un rectificateur discontinu.

Le corps mis en œuvre est un *flegme* étendu d'eau de façon à produire un mélange contenant de 38 à 50 % d'alcool, suivant que l'on veut être plus ou moins rigoureux dans les séparations à effectuer.

Le mélange est porté à l'ébullition et ses vapeurs s'élèvent dans la colonne rectificatrice d'où elles pénètrent dans le condenseur, que l'on refroidit énergiquement. Là elles se liquéfient, et redescendent vers la chaudière ; repassant à l'état de vapeurs, elles fournissent de l'alcool

Digitized by Google

plus riche qui vient se condenser de nouveau, et fait écouler peu à peu l'alcool moins riche primitivement accumulé dans les plateaux, de sorte que lorsque ceux-ci sont pleins, la majeure partie de la colonne est chargé d'alcool très concentré.

Alors l'opération proprement dite commence. On diminue l'arrivée d'eau au condenseur, une partie seulement des vapeurs est condensée et retourne à la colonne, l'autre partie va au réfrigérant et est recueillie. L'ouvrier rectificateur règle une fois pour toute la quantité d'eau à employer ponr avoir une rétrogradation telle que l'alcool reste toujours au degré convenable dans la majeure partie des plateaux de la colonne.

Nous avons vu dans le paragraphe précédent qu'*on obtient théoriquement les mêmes résultats en augmentant le nombre des plateaux ou la rétrogradation, mais que le premier procédé est plus parfait, plus efficace, et plus économique que le second.* Il y a donc intérêt à prendre des colonnes de rectification disposées de façon à contenir le plus grand nombre de plateaux sans gêner la régularité de l'appareil.

Une fois l'opération proprement dite commencée, les impuretés capables de traverser la colonne comme si elle n'existait pas, qui se sont

Digitized by Google

déjà accumulées dans les plateaux supérieurs, s'échappent dès le début; comme il n'y en a qu'une quantité limitée, et comme elles tendent à gagner le haut de la colonne, ainsi que le montre le diagramme 1, la chaudière s'en épuise assez rapidement, les plateaux inférieurs en contiennent par suite de moins en moins, l'appauvrissement gagne peu à peu les étages supérieurs; en d'autres termes, la courbe 1 se transporte parallèlement à elle-même de bas en haut, et bientôt les plateaux supérieurs sont eux-mêmes épuisés des impuretés les plus volatiles.

En même temps que la première catégorie de corps dont nous venons de parler, se sont élevés dans la colonne, des corps caractérisés par une valeur de K moindre que l'unité, mais tels que par un nombre déterminé de plateaux, ils passent comme si ces plateaux n'existaient pas. Ces corps mettent un certain temps naturellement à s'élever jusqu'à atteindre la zone voulue, et arrivés là franchissent la barrière devenue inutile : ils constituent encore des corps de *tête*, parce que la chaudière n'en contenant qu'une quantité limitée, s'en épuise peu à peu. Mais cet épuisement est plus lent, puisqu'il faut, avant qu'ils s'échappent, qu'ils se soient peu à peu accumulés dans la partie inférieure de la colonne jusqu'au

Digitized by Google

niveau où ils peuvent traverser la colonne sans s'y arrêter.

L'ensemble de ces deux classes de corps constitue ce qu'on appelle les *mauvais goûts de tête* et les *moyens goûts de tête.*

Il n'y a pas de limites bien tranchées entre ces deux portions d'alcool recueillis, au début de la rectification. Les moyens goûts sont constitués par le mélange du restant du corps de la première catégorie avec ceux de la seconde. On cesse de séparer les mauvais goûts de tête, et on commence à classer l'alcool recueilli dans les moyens goûts quand on estime que l'alcool recueilli peut être utilement soumis à une nouvelle rectification.

Moins il y aura de corps de la seconde catégorie, plus la période des moyens goûts sera courte et plus facile sera la seconde rectification appliquée à ces moyens goûts.

Par contre, si les corps de la seconde catégorie sont abondants, leur élimination sera très lente, puisqu'ils passent en même temps que l'alcool et avec leur teneur primitive. Il pourrait même arriver, si leur taux devenait considérable que ces corps ne fussent éliminés que quand tout l'appareil sera épuisé d'alcool.

C'est la présence de ces corps qui explique une

Digitized by Google

anomalie apparente dans la pratique de la rectification. Au lieu de rectifier à part les moyens goûts de tête, on a toujours soin de les mélanger avec de nouveaux flegmes. Si l'on raisonne *a priori*, cette pratique est absolument vicieuse : puisqu'on réintroduit des impuretés dans l'alcool à traiter. Le procédé est, au contraire, judicieux comme tous les procédés basés sur l'expérience, parce qu'il permet de diluer ces corps dans une masse plus grande, et de les amener dans la zone perméable de la colonne, d'où ils s'échappent, avant qu'une trop grande partie de l'alcool soit déjà distillée.

L'élimination complète de ces moyens goûts demande en général au moins 7 heures sur 36.

Pendant ce temps, une autre catégorie de corps que nous avons caractérisée dans le paragraphe précédent par une valeur de $K \frac{V}{P}$ plus petite que la précédente s'échappe bien de la chaudière et des plateaux inférieurs où l'alcool est relativement peu concentré, mais est retenue progressivement dans la série de plateaux chargés d'alcool fort. La diminution du taux de ces impuretés dans les étages successifs chargés d'alcool fort est très rapide, ainsi que nous l'avons vu ci-dessus. Plus donc le nombre des plateaux à fort

Digitized by Google

degré sera considérable, plus la colonne opposera d'obstacles à ces impuretés, de sorte qu'avec une quarantaine de plateaux chargés d'alcool à fort degré, on peut considérer pratiquement que l'alcool recueilli à l'éprouvette est pur. On est alors dans la période de cœur de l'opération. D'après ce que nous venons de dire, cette période se prolongera d'autant plus que le nombre des plateaux encore chargés d'alcool à fort degré sera plus grand.

Mais, pendant ce temps, la chaudière s'est peu à peu épuisée d'alcool, les plateaux inférieurs de la colonne se sont appauvris, et, ainsi que nous l'avons vu ci-dessus, ces impuretés de *queue* se sont concentrées dans une zone de la colonne, zone qui s'élève au fur et à mesure que la chaudière s'épuise, à moins qu'on n'augmente la rétrogradation, à grand renfort d'eau, au condenseur, par suite en s'astreignant à consommer beaucoup de combustible pour revaporiser l'alcool qui rétrograde.

Bientôt tous les efforts deviennent pratiquement inutiles : la zone dangereuse s'élève de plus en plus, en même temps qu'elle devient plus chargée d'impuretés, et finalement celles-ci envahissent progressivement l'appareil entier, et les plus entraînables (*nous ne disons pas les*

Digitized by Google

plus volatiles) d'entre elles arrivent à l'éprouvette.

A la période de cœur succède la période des *moyens goûts de queue*. Elle est beaucoup plus courte que la période des moyens goûts de tête, parce que la colonne, dont une partie seule reste chargée d'alcool dans les bons appareils, en contient un volume relativement faible.

Bientôt toute barrière est surmontée, et nous voyons arriver à flots les impuretés les moins entraînables au début ; en effet, l'alcool des plateaux s'appauvrissant, K augmente très rapidement, comme nous l'avons vu à propos de l'alcool amylique, si bien que ces impuretés arrivent presque entièrement à l'éprouvette avant que tout l'alcool soit éliminé. On a alors les *mauvais goûts de queue* et les *huiles*.

Voici comment se répartissent les différentes qualités d'alcool :

Nous prendrons deux exemples :

1° *Seconde rectification d'alcool du Nord.* — (Usine de la Madone à Puteaux, 4 juin 1888).

Un rectificateur Savalle, rectangulaire, n° 10, dont la colonne a 49 plateaux fut chargé de $395^{hl},87$ d'alcool étendu à 39° G.L., cor-

Digitized by Google

respondant à 154hl,39 d'alcool absolu. On obtint :

Mauvais goûts de tête.	7hl,657	alcool absolu =	4,96 %
Moyens goûts de tête.	34, 057	//	22,06
Bons goûts	94, 820	//	61,42
Moyens goûts de queue.	9, 205	//	5,97
Mauvais goûts de queue.	8, 198	//	5,31
Perte	0, 453	//	0,28
	154hl,390		100,00 %

2° *Rectification de flegmes de grains.* — (Usine de Croisset à Rouen). Un rectificateur Savalle, rectangulaire, n° 10, à 44 plateaux a été épuisé en 38 heures, son débit moyen à l'heure était 479 litres calculés en alcool absolu.

Pendant tout ce temps, on a prélevé d'heure en heure des échantillons au tuyau de rétrogradation qui ramène les liquides du dernier plateau du rectificateur dans la chaudière.

Si nous nous reportons à ce qui a été dit sur l'entraînement de l'alcool amylique par la vapeur de l'alcool et d'eau, nous voyons que celui-ci ne peut commencer à envahir le bas de la colonne que vers la 20e heure, mais qu'à partir de ce moment, on doit commencer à observer un

Digitized by Google

état analogue à celui qui est représenté par le diagramme.

Qualité de l'alcool	Heures	Degré alcoolique des reflux à 15° T	Qualité de l'alcool	Heures	Degré alcoolique des reflux à 15° T
Mauvais goûts	0	40°,6 G L		20	61°,6 G L
1 heure 30′	1	42, 1		21	59, 2
	2	40, 9		22	55, 2
	3	52, 8		23	56, 8
	4	68, 3	Fin et extra-fin	24	54. 7
Moyens goûts	5	68, 9	25 heures 30′	25	45; 0
7 heures 45′	6	71, 6		26	41, 5
	7	68, 1		27	33, 0
	8	68, 1		28	25, 5
	9	69, 3		29	12, 0
	10	69, 8		30	10, 8
	11	69, 3		31	4, 7
	12	69, 0		31 1/2	1, 0
	13	69, 0	Moyens goûts	32	0, 6
Fin et extra-fin	14	71, 0	de queue 2 h.	33	0, 5
25 heures 30′	15	67, 0		34	0, 3
	16	66, 0		35	0, 0
	17	65, 6		36	0, 0
	18	65, 0	Mauvais goûts	37	0, 0
	19	63, 0	de queue 1 h.	38	0, 0

Longtemps avant l'apparition des moyens goûts de queue, le bas de la colonne s'appauvrit, et le dernier plateau (*a fortiori* la chaudière) est épuisé trois heures avant la fin de l'opération

Digitized by Google

quand on commence à recevoir les moyens goûts.

En parlant des progrès réalisés récemment dans la construction des rectifications discontinues, nous reviendrons sur ces remarques.

Si, au lieu de recueillir l'échantillon au tube de rétrogradation, on le recueille à la chaudière, on est étonné d'en trouver une trace quand la rétrogradation n'en contient plus. C'est une simple erreur, due à ce que le liquide de la chaudière est chargé d'huiles que l'eau entraîne et qui diminuent la densité de celle-ci comme le ferait une trace d'alcool. C'est par suite de cette erreur que l'auteur a dit, il y a environ deux ans, que l'on était obligé de distiller encore pendant 2 heures après que l'alcool à l'éprouvette marque 0° pour épuiser la chaudière.

Bien entendu, pour que la chaudière s'épuise ainsi, il faut que le régulateur de vapeur qui communique avec elle ne lui renvoie pas d'alcool, aussi les ouvriers soigneux ont-ils soin de renouveler le contenu du régulateur avant d'arriver à la fin de la période des bons goûts.

Les exemples précédents ont été pris pendant le fonctionnement d'un appareil Savalle rectangulaire. Il faudrait se garder de les généraliser pour un appareil quelconque. A l'appui de cette assertion, il ne nous paraît pas inutile de publier

Digitized by Google

quelques essais faits sur un appareil Savalle à plateaux perforés.

Rectification de flegmes de betteraves dans un rectificateur Savalle, n° 8 à plateaux perforés. (Usine Gentil à Bonnières). L'appareil a été arrêté quand le thermomètre placé sur le dôme de la chaudière marquait 103° C, ainsi qu'on le fait d'habitude et que les huiles arrivaient abondamment à l'éprouvette : on n'a fait les essais que vers la fin de l'opération. Les prises d'essai ont été prélevées sur le contenu de la chaudière, l'appareil n'étant pas muni d'un robinet à trois eaux pour la vidange des huiles.

Qualité de l'alcool	Heures	Degré G L d'après l'alcoomètre Gay-Lussac	Degré G L d'après l'appareil Maligand	Température de la chaudière
	5,10			94°,5 C
Moyens goûts	6,35	8°,3	8°,5	96
de queue	7,10	6, 15	6, 6	97, 25
2 heures 50′	8	4, 1	4, 8	99
	8,30	3, 1	3, 6	100
Mauvais goûts	8,45	2, 1	2, 8	101
1 heure 30′	9.15	1, 5	1, 75	102
	9,50	0, 5	1, 15	103
Huiles 10′	10,35			
	10,45	0, 3	0, 60	103

Ainsi qu'on le voit, le fonctionnement n'est

Digitized by Google

plus du tout le même, la chaudière contient encore une notable proportion d'alcool, non-seulement lors de l'apparition des moyens goûts, mais encore lors de l'apparition des huiles.

Nous reviendrons sur ce sujet quand nous parlerons des pertes à la rectification et nous appellerons en même temps l'attention sur les erreurs des instruments de contrôle.

Remarquons également en passant que les moyens goûts sont arrivés 5 heures et demie et les mauvais goûts 3 heures et demie avant la fin de l'opération, tandis que dans l'exemple précédent, la période des moyens et mauvais goûts de queue n'a duré que 3 heures, et cependant l'usine de Croisset était réputée pour la sévérité de son classement.

Voici un exemple net pour montrer combien le choix d'un bon appareil influe sur la qualité des produits et le rendement.

En réalité, dans la pratique, on fait un plus grand nombre de lotissements que celui que l'auteur a indiqué ci-dessus ; ainsi l'on distingue le plus souvent les catégories suivantes :

Mauvais goûts de tête
Mauvais goûts de tête à repasser
Moyens goûts de tête
Alcool fin (de tête)
Alcool extra-fin
Cœur
Alcool fin (de queue)
Moyens goûts de queue
Mauvais goûts de queue à repasser
Mauvais goûts de queue

Digitized by Google

La première et la dernière catégorie sont vendues pour des industries diverses, la seconde et l'avant-dernière sont traitées à part dans un rectificateur dit à mauvais goûts, et divisés en mauvais goûts à vendre et moyens goûts pouvant rentrer en fabrication avec les moyens goûts ordinaires que l'on ajoute aux flegmes dans l'opération suivante, pour la raison que nous avons indiquée plus haut. Les alcools fins sont vendus pour la consommation ou soumis à une seconde rectification, enfin les alcools extra-fins, et les cœurs, les seuls purs, sont vendus à la clientèle la plus difficile. Si l'on se place au point de vue de l'hygiène, les alcools fins devraient toujours être rectifiés, et l'on n'aurait à distinguer en réalité que cinq classes :

Mauvais goûts de tête
Moyens goûts de tête.
Cœur
Moyens goûts de queue
Mauvais goûts de queue

dont les mauvais goûts seraient à vendre, les moyens goûts à retravailler, le cœur à vendre comme alcool pur.

Il est difficile de dire quelle est la quote-part de chaque classe dans les produits d'une rectification. Cela dépend à la fois de la nature des

Digitized by Google

flegmes et des exigences commerciales, puisque jusqu'ici rien n'oblige le rectificateur à rechercher la pureté absolue.

Aussi la proportion d'alcool de cœur varie-t-elle d'une usine à l'autre de 60 % à 75 et même 82 %.

Suivant la proportion de cœur retirée à chaque opération, la capacité de production des appareils et la consommation de vapeur varient dans de grandes limites.

Considérons, en effet, une usine où l'on retire 60 % de cœur, 35 % de moyens goûts rentrant en travail et 5 % comme mauvais goûts à vendre et perte de travail. Pour 100 d'alcool entrant à l'atelier de rectification, on aura réellement à travailler :

$$100\,(1 + 0{,}35 + \overline{0{,}35}^{2} + \ldots\ldots) = 154 \text{ parties.}$$

Si, au contraire, on retire 75 % de cœur, 20 % de moyens goûts à travailler, le reste constituant les mauvais goûts à vendre et les pertes, on n'aura plus à travailler pour 100 parties d'alcool entrant réellement à l'atelier de rectification que :

$$100\,(1 + 0{,}20 + \overline{0{,}20}^{2} + \overline{0{,}20}^{3} + \ldots) = 125 \text{ part.}$$

On économise donc le traitement de 29 parties,

Digitized by Google

soit environ le $\frac{1}{3}$ de l'alcool mis en œuvre, c'est-à-dire que la capacité de production est augmentée de $\frac{1}{3}$ et les frais diminués d'autant.

Nous avons vu que cette économie se réalise généralement aux dépens de la qualité de l'alcool vendu ; voyons comment on peut logiquement la réaliser par l'amélioration des appareils sans rien sacrifier de la qualité.

Digitized by Google

CHAPITRE V

—

AMÉLIORATIONS APPORTÉES AU RECTIFICATEUR DISCONTINU

1. Evacuation du contenu de la colonne. — Pour rendre plus rapide la fin d'une opération et éviter l'infection de la colonne par les corps huileux qui s'échappent de la chaudière lorsqu'elle ne contient presque plus d'alcool, Amand Savalle et ceux qui se sont inspirés de lui ont établi sur le tuyau de rétrogradation de la colonne à la chaudière un robinet à trois voies qui permet de laisser écouler les huiles au dehors de l'appareil.

Lorsque Désiré Savalle créa la colonne à plateaux perforés, il utilisa plus efficacement le même robinet; en effet, si on l'ouvre lorsque

Digitized by Google

l'opération est terminée, les liquides qui étaient soutenus sur les plateaux par la vapeur tombent à travers les trous et en quelques minutes arrivent au bas de la colonne et sont dirigés par le robinet à trois voies dans un bac spécial. Mais, comme une grande partie de la colonne est déjà souillée par les huiles avant que tout l'alcool soit éliminé, il faut quand même laver la colonne à la vapeur, de sorte que la plupart des industriels ont renoncé à l'usage de ce robinet.

Dans la colonne rectangulaire, on peut revenir à un dispositif analogue qui a été établi récemment sur deux rectificateurs de l'usine de Mazingarbes (Pas-de-Calais) et en tirer un parti plus efficace.

Nous avons vu, en effet, que la chaudière et les premiers plateaux du bas sont déjà épuisés d'alcool quand la colonne cesse de donner des bons goûts. A partir de ce moment, on est obligé, avec le mode de construction ordinaire, de distiller l'eau de la chaudière pendant trois heures pour enlever tout l'alcool contenu dans les plateaux, et, comme cet alcool coule à un degré de plus en plus faible, on dépense d'autant plus de vapeur que l'on approche davantage de la fin de l'opération. De plus, on infecte toute la colonne avec les mauvais goûts et les huiles, et il faut encore dis-

Digitized by Google

tiller de l'eau pour éliminer à grand'peine ces derniers corps : d'où perte de temps et d'argent. Il vaut incontestablement mieux vider méthodiquement les plateaux de leur contenu : les plateaux les plus élevés contiennent alors de l'alcool très passable que l'on extrait sans dépense, viennent ensuite les plateaux chargés de moyens goûts à retravailler, puis les plateaux chargés de mauvais goûts, enfin en bas, les huiles avec très peu d'alcool. La maison Savalle a breveté récemment un dispositif qui permet de faire cette opération avec une grande facilité et sans chances de fuites. Elle a supprimé ainsi un des gros inconvénients de la colonne à rectifier : inconvénients qu'il est facile de chiffrer, quand on réfléchit qu'il fallait travailler trois heures à grand renfort de vapeur pour extraire environ 12 hectolitres de mauvais alcool d'un appareil n° 10.

De plus, on évite par ce procédé d'infecter les plateaux supérieurs de la colonne.

2. Extraction des mauvais goûts de queue. Condenseur intermédiaire. — Le robinet à trois voies placé sur le tuyau de rétrogradation peut bien recueillir les huiles, mais il est inefficace pour recueillir la majeure partie

Digitized by Google

des corps qui constituent les queues de rectification. Nous l'avons vu, en effet, aussitôt que les plateaux inférieurs ne sont plus chargés d'alcool à très fort degré, ces impuretés les traversent comme des corps de tête et vont s'accumuler plus haut ; c'est donc le plateau où leur taux est maximum qui constitue le foyer d'infection pour la colonne et non la chaudière par elle-même. Il est donc inutile de chercher à faire l'extraction des queues au bas de la colonne de rectification. Jusqu'ici on se résignait à laisser arriver les moyens et mauvais goûts de bonne heure, ce qui constituait une perte notable, ou bien on augmentait beaucoup la hauteur de la colonne pour avoir un grand nombre de plateaux à fort degré pour arrêter les impuretés de queue. Mais, comme le titre des plateaux inférieurs décroît très rapidement, vers la fin de l'opération et comme la zone à bas degré envahit rapidement la colonne, à moins que l'on augmente beaucoup l'action du condenseur (ce qui est une cause de dépenses et de ralentissement), il se trouvait que plus la colonne était envahie, moins elle opposait de résistance à l'envahissement.

En reprenant l'idée de l'extraction, appliquée par Amand Savalle à son rectificateur continu en 1857, le directeur actuel de la maison Savalle a

Digitized by Google

établi une prise spéciale au quart environ de la colonne, où se concentrent les corps de queue à la fin de la période des bons goûts. En retirant une faible quantité d'alcool dans cette zone, on extrait une proportion de corps de queue très considérable, le taux de ces corps dans la zone dangereuse ne peut plus augmenter, et l'on arrive ainsi à prolonger la période des bons goûts, par suite à augmenter le rendement de l'appareil sans augmentation de dépenses.

La théorie, d'accord avec l'expérience, a montré que la zone d'infection maxima se trouve au-dessous des plateaux contenant de l'alcool bouillant entre 80 et 81°. Il suffit donc de maintenir le plateau où se fait l'extraction dans ces limites de température, et dès lors la zone d'infection ne pourra plus s'élever vers les étages supérieurs. On y parvient aisément par l'emploi d'un condenseur intermédiaire placé au-dessus de la tubulure d'extraction et dont on règle l'alimentation de façon qu'un thermomètre placé dans le compartiment immédiatement supérieur accuse la température voulue. Cette addition n'entraîne que très peu de dépense de combustible, car le condenseur n'a à fonctionner que vers la fin de l'opération.

Digitized by Google

3. Modifications du condenseur. — Condensation fractionnée. — Dans une colonne à fort degré, on peut, à la rigueur, donner au condenseur le nom d'analyseur, si on extrait successivement les produits condensés, qui sont de plus en plus riches en alcool pour les renvoyer à des régions convenables de la colonne ; mais si on réunit en bloc tous les produits condensés, l'analyse réalisée est très faible, ainsi qu'on peut le voir dans le volume de cette encyclopédie relatif à la distillation.

Dans une colonne à rectifier, le condenseur ordinaire mérite encore moins ce nom d'analyseur. En effet, il n'a pas à aider la colonne directement comme enrichisseur en alcool, puisque l'alcool est déjà dans les plateaux de la colonne aux voisinage du maximum de concentration : dès lors, les parties condensées et les parties restant en vapeur ont une concentration presque identique. Au début, pendant la période de chargement des plateaux, il n'est pas non plus un analyseur, quoiqu'il détermine l'enrichissement des plateaux, puisqu'il condense tout pour le renvoyer distiller dans la colonne et ne laisse échapper que l'air et quelques vapeurs incondensables à la faveur de celui-ci.

Le condenseur ordinaire des appareils à rec-

Digitized by Google

tifier n'est pas davantage un analyseur si on se place au point de vue de l'élimination des impuretés qui y arrivent avec la vapeur d'alcool, au moins en ce qui concerne les produits de tête.

En effet, comme nous l'avons dit, l'alcool condensé a une concentration presque identique à celle des vapeurs qui échappent au refroidissement : d'autre part, puisqu'il s'est condensé, il est à une température un peu plus basse que dans la colonne ; par suite, la solubilité des impuretés y est plus grande : le condenseur ne peut donc que ramener à la colonne une quantité de ces impuretés d'autant plus considérable que son action est plus énergique, c'est-à-dire que l'eau qui y entre est plus froide et sa surface utile plus grande.

Le condenseur ordinaire n'est donc qu'un fournisseur d'alcool concentré, c'est un mal nécessaire : mal d'autant plus grand que son action est plus énergique ; il y a donc, comme nous l'avons dit ci-dessus, intérêt à augmenter le nombre des plateaux plutôt que d'augmenter la surface du condenseur.

Mais, en modifiant la construction de cet organe, on peut le forcer à coopérer à l'œuvre d'épuration au lieu de la contrarier au début, tout en lui conservant intégralement son rôle

Digitized by Google

nécessaire. Il suffit pour cela de procéder à des condensations progressives à température constante, en isolant au fur et à mesure les produits liquéfiés. On imite ainsi un procédé qui est fréquemment employé dans les laboratoires et qui consiste à isoler les corps par une série de précipitations successives au moyen d'un même réactif. On n'obtient pas ainsi du premier coup une purification absolue, mais une série de précipités de moins en moins riches en corps sous forme peu soluble, de plus en plus riches en corps les plus solubles au début. Un calcul simple permettra de se rendre compte de la marche du phénomène :

Appelons :

P, le poids de vapeurs passant dans l'unité de temps de la colonne dans le condenseur ;

Σ, la quantité d'une impureté déterminée contenue dans un kilogramme de ces vapeurs ;

p, le poids du liquide condensé ;

s, le poids de la même impureté condensée dans un kilogramme de ce liquide ;

$P - p$, sera le poids de vapeurs échappant à la condensation dans l'unité de temps et allant au réfrigérant : appelons σ le poids de l'impureté

Digitized by Google

considérée dans un kilogramme de ces vapeurs et rappelons-nous que si σ et s ne sont pas très grands, il y a une relation simple $\sigma = Ks$ entre σ et s; dans le cas considéré, le coefficient K sera pour une impureté considérée un peu plus petit que lorsqu'il s'agit d'une colonne à rectifier parce que, la concentration étant sensiblement la même, la température du liquide condensé est un peu plus basse.

Posons l'équation évidente suivante qui exprime algébriquement que rien ne s'est créé et rien ne s'est perdu :

$$P\Sigma = ps + (P - p)\,\sigma$$

et, nous rappelant que $\sigma = Ks$, nous le transformons en :

$$P\Sigma = p\,\frac{\sigma}{K} + (P - p)\,\sigma\,;$$

d'où nous déduirons :

$$\sigma = \frac{KP\Sigma}{KP - (K - 1)p}$$

et

$$s = \frac{P\Sigma}{KP - (K - 1)\,p}.$$

Digitized by Google

Nous connaissons ainsi les valeurs de σ et de s.

Un exemple numérique nous montrera le jeu de ce condenseur. Supposons que le condenseur retienne les deux tiers de l'alcool qui arrive de la colonne, les formules se réduisent à :

$$\sigma = K\frac{2\Sigma}{2+K} \quad \text{et} \quad s = \frac{3\Sigma}{2+K}.$$

Donnons à K les valeurs 5, 2, 1, 0,5, 0,2, nous aurons :

$K=5$; $\sigma=\Sigma\times 2{,}143$; $s=\Sigma\times 0{,}429$; $\frac{ps}{(P-p)\sigma}=0{,}4$

$K=2$; $\sigma=\Sigma\times 1{,}50$; $s=\Sigma\times 0\ 75$; $\frac{ps}{(P-p)\sigma}=1$

$K=1$; $\sigma=\Sigma\times 1$; $s=\Sigma\times 1$; $\frac{ps}{(P-p)-\sigma}=2$

$K=0{,}5$; $\sigma=\Sigma\times 0{,}60$; $s=\Sigma\times 1{,}20$; $\frac{ps}{(P-p)-\sigma}=4$

$K=0{,}2$; $\sigma=\Sigma\times 0{,}27$; $s=\Sigma\times 1{,}364$; $\frac{ps}{(P-p)-\sigma}=10$

Supposons, au contraire, que nous placions à la suite l'un de l'autre une série de condenseurs à la même température ; comme l'alcool des derniers plateaux de la colonne est au maximum de

Digitized by Google

concentration, tous les produits condensés dans ces condenseurs successifs y seront aussi, et les valeurs de K seront les mêmes dans tous ces condenseurs. Admettons, pour simplifier le calcul (ce qui du reste n'a pas d'autre importance) que les condenseurs soient capables de faire passer à l'état liquide le même poids d'alcool. Enfin, admettons que la surface totale de condensation soit insuffisante pour liquéfier la totalité des vapeurs.

Nous aurons pour le premier condenseur :

$$\sigma_1 = K\frac{P\Sigma}{KP-(K-1)p}, \quad s_1 = \frac{P\Sigma}{KP-(K-1)p}.$$

Pour voir ce qui se passe dans le second, il nous suffit de remplacer Σ par σ_1 dont nous connaissons la valeur, et P par $P - p$; on trouve ainsi :

$$\sigma_2 = K^2\frac{P(P-p)}{[KP-(K-1)p][KP-(2K-1)p]}\Sigma$$

$$s_2 = K\frac{P(P-p)}{[KP-(K-1)p][KP-(2K-1)p]}\times\Sigma$$

et

$$p(s_1+s_2) = P\Sigma-(P-2p)\sigma_1$$

Digitized by Google

En continuant ainsi, on trouve évidemment pour le n^e condenseur :

$$\sigma_n = K^n \frac{P(P-p)(P-2p)\ldots\ldots}{[KP-(K-1)p][KP-(2K-1)p]\ldots} \frac{\ldots(P-(n-1)p)}{\ldots[KP-(nK-1)p]} \times \Sigma$$

$$s_n = K^{n-1} \frac{P(P-p)(P-2p)\ldots\ldots}{[KP-(K-1)p][KP-2K-1)p]\ldots} \frac{\ldots\ldots[P-(n-1p]}{\ldots[KP-(nK-1)p]} \Sigma$$

et

$$p(s_1 + s_2 + \ldots\ldots s_n) = P\Sigma - (P-np)\sigma_n.$$

Appliquons à cet exemple les mêmes données et supposons que le condenseur soit divisé en 10 parties. On trouve ainsi :

Numéros des condenseurs	Valeurs de $\frac{\sigma_n}{\Sigma}$				
	K = 5	K = 2	K = 1	K = 0,5	K = 0,2
1er cond.	1,056	1,035	1	0,937	0,789
2e //	1,120	1,073	1	0,875	0,614
3e //	1,192	1,116	1	0,817	0,469
4e //	1,277	1,165	1	0,754	0,352
5e //	1,377	1,220	1	0,691	0,258
6e //	1,497	1,284	1	0,627	0,184
7e //	1,643	1,359	1	0,564	0,128
8e //	1,826	1,446	1	0,501	0,085
9e //	2,062	1,557	1	0,477	0,054
10e //	2,377	1,698	1	0,409	0,032

Digitized by Google

La valeur de σ_{10} est donc à la valeur de σ pour un condenseur ordinaire comme :

1,109 1,132 0,681 0,118

Les valeurs de $\frac{s_n}{\Sigma}$ sont :

Numéros des condenseurs	K = 5	K = 2	K = 1	K = 0,5	K = 0,2
1er cond.	0,211	0,517	1	1,874	3,945
2e //	0,224	0,537	1	1,750	3,070
3e //	0,238	0,558	1	1,634	2,745
4e //	0,225	0,582	1	1,508	1,760
5e //	0,275	0,660	1	1,382	1,290
6e //	0,299	0,642	1	1,254	0,920
7e //	0,329	0,679	1	1,128	0,640
8e //	0,365	0,723	1	1,002	0,425
9e //	0,412	0,778	1	0,954	0,270
10e //	0,475	0,849	1	0,818	0,160

Partageons les condensations en deux parties égales que nous appellerons s_a pour les 5 premiers condenseurs, s_b pour les 5 derniers, nous aurons comme moyenne :

s_a	0,240 Σ	0,571	1	1,630	2,562
s_b	0,376 Σ	0,734	1	1,031	0 583

Digitized by Google

d'où :

$\frac{s_a}{s} =$	0,56	0,74	1	1,36	1,88
$\frac{s_b}{s} =$	0,87	0,98	1	0,86	0,43

Ainsi les corps de tête échappent plus vite à l'appareil, les corps de queue sont retenus plus longtemps dans la colonne. On améliore donc la qualité des moyens goûts de tête et de queue, et on augmente la proportion du cœur de la rectification.

On peut encore aller plus loin. Au lieu de renvoyer en bloc toutes les rétrogradations du condenseur au plateau supérieur de la colonne à rectifier, on peut ajouter à celle-ci quelques plateaux, renvoyer la moitié la plus chargée de corps de tête, au début de l'opération, au plateau le plus élevé, la moitié la moins chargée à l'ancien dernier plateau, et en fin d'opération faire inversement arriver la moitié la moins chargée de queues au plateau le plus élevé, la moitié la plus chargée à l'ancien dernier plateau. La manœuvre d'un simple commutateur suffit pour cela, et comme elle n'a à se faire qu'à un intervalle de 25 à 27 heures pendant une opération, elle ne constitue aucune gêne.

Digitized by Google

4. Modification du réfrigérant ; son fractionnement. — Ce que nous venons d'exposer assez longuement à propos du condensateur, peut s'appliquer immédiatement au réfrigérant.

Au lieu d'employer un réfrigérant unique où l'on condense et refroidit brutalement tout ce qui sort du condensateur à l'état de vapeur, on peut employer une série de réfrigérants construits comme le condensateur fractionné et fonctionnant à des températures de plus en plus basses. Nous n'avons pas à revenir sur ce qui a été dit plus haut à propos du condenseur. Nous rappellerons seulement que les corps de tête échapperont en grande partie au condenseur le plus chaud, et iront s'accumuler dans le plus froid, et cela d'autant plus parfaitement que chaque condenseur comportera plus de fractionnements.

Il n'y a pas à notre connaissance de grand appareil rectificateur d'alcool monté sur ce principe, mais l'auteur a pu en constater l'efficacité sur un petit modèle de laboratoire qu'il a fait construire à Paris par M. Adnet.

Ce petit rectificateur permet du reste de démontrer que les alcools de tête ne sont pas uniquement formés d'alcool éthylique souillé de composés volatils comme on le dit souvent ; on

Digitized by Google

constate toujours, en effet, au début d'une rectification d'alcool brut, ou de moyens goûts, et pendant toute la période des moyens goûts, que les premières prises du réfrigérant le plus chaud sont beaucoup plus impures que les suivantes, et sont encore très notablement impures quand souvent les derniers produits condensés sont déjà comparables au cœur de l'opération.

Ceci ne peut se produire que si, au début d'une rectification, il passe non seulement des corps très volatils, mais encore des corps dont la solubilité dans l'alcool condensé est plus grande que 1 ; or, comme on peut vérifier le fait, quelque petite que soit la différence de la température entre la température des vapeurs sortant du condenseur et celle des réfrigérants comme on le constate également sur les prises du condenseur fractionné, qui est plus chaud encore, on est bien obligé d'admettre qu'il existe dans l'alcool brut et les moyens goûts des corps dont la solubilité dans l'alcool concentré et bouillant est plus grande que l'unité ou pour lesquels K est plus petit que 1, et qui passent cependant avec les corps de tête. Nous avions montré théoriquement la possibilité de ce fait ; le réfrigérant fractionné établit qu'il existe réellement.

C'est donc bien dans les portions moyennes

Digitized by Google

recueillies à ce genre de réfrigérants, en laissant à part les premières et les dernières, qu'on trouve au début d'une rectification, l'alcool le moins impur.

La constatation que nous venons de faire est d'une grande importance en ce qu'elle explique les échecs de tous les inventeurs qui se basent uniquement sur la volatilité, ou le point d'ébullition des corps pour les séparer par condensation. Quelque compliqués que soient les appareils, l'échec final est certain.

Nous reviendrons plus loin sur ce point à propos de la rectification continue.

Digitized by Google

CHAPITRE VI

—

DES PERTES DANS LA RECTIFICATION DISCONTINUE

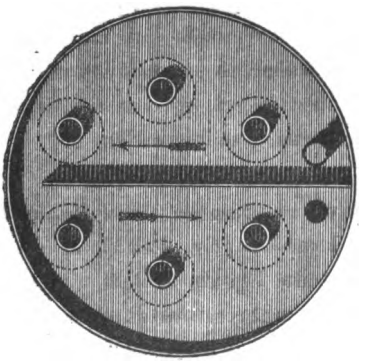
Dans l'industrie, la question de la qualité, celle du prix de revient, et celle du rendement, malheureusement trop souvent ces deux dernières seules priment tout; le coût de premier établissement n'apparaît qu'en seconde ligne parce qu'il ne figure dans le prix de revient que par son intérêt et son amortissement.

Occupons-nous d'abord du rendement dans la rectification discontinue. Ce rendement joue un grand rôle dans une industrie telle que la rectification de l'alcool qui est soumise au fisc et est obligée de payer l'impôt sur ses pertes de fabrication si celles-ci dépassent un certain maximum fixé par la loi.

Digitized by Google

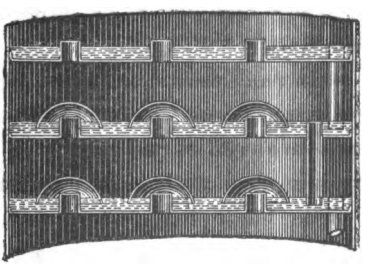
Un industriel soigneux peut éviter un certain

Fig. 4



nombre de causes de pertes comme le coulage des réservoirs, l'évaporation, les fuites aux pompes

Fig. 5



et aux conduites, etc., c'est une question de bon aménagement et de rigoureuse surveillance ; ces

Digitized by Google

causes de pertes sont communes à toutes les usines qui traitent des produits liquides et volatils. Nous n'avons pas à nous en occuper ici.

Mais il en est d'autres qui sont imputables à l'opération même de la rectification ; elles seules sont de notre ressort, et nous devons en rechercher l'importance et les causes.

Dans les anciens types d'appareils à rectifier, comportant un nombre relativement faible de plateaux à calottes (*fig.* 4 et 5), où le contact des vapeurs et du liquide se fait « à la grâce de Dieu » pour employer une expression triviale, les pertes sont souvent très grandes et atteignent 5, 6 et parfois 8 %.

On a donné mille explications plus ou moins hypothétiques pour rendre compte de ces pertes énormes. Nous citerons à ce sujet celle que donne un ouvrage récent (1) :

« Dans la rectification ordinaire, le flegme « avec ses impuretés se trouve au contact des ser- « pentins pendant 36 et quelquefois 48 heures. « Le serpentin reçoit de la vapeur vive à 155 ou « 160° ; cette haute température doit être la « cause des destructions constatées. »

(1) Emile Barbet. — *Les appareils de distillation et de rectification* (1890, p. 43).

Digitized by Google

« Les constatations que nous venons d'exposer « ne donnent qu'une demi-explication de la « freinte. Elles prouvent qu'il y a destruction, « mais nous ne savons pas quels sont les dé- « doublements qui se produisent, ni pour quelles « raisons l'alcoomètre ne les enregistre plus.

« Y aurait-il une dissociation assez intense « pour que l'alcool, surtout en présence de cer- « taines impuretés qui la favoriseraient, se dé- « composât en eau et en carbures gazeux ? Il n'y « a que des expériences directes qui pourraient « éclaircir ce problème et il ne serait pas bien « difficile de faire cette étude dans un laboratoire « bien outillé. Nous ne croyons pas que des re- « cherches aient déjà été faites dans cet ordre « d'idées, et nous nous permettons de signaler « cette lacune aux chimistes ».

Nous citons textuellement, car l'auteur, adversaire déclaré de la rectification discontinue, a dû chercher les raisons les plus sérieuses pour mettre en évidence un défaut qu'il attribue au principe même du procédé.

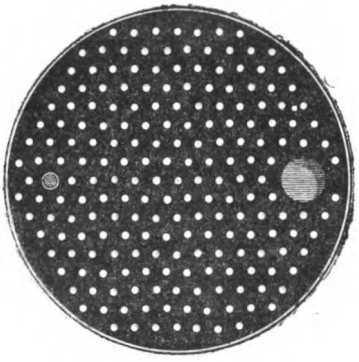
Il est heureusement facile de répondre, et de montrer d'où proviennent les pertes industrielles.

En effet, les pertes varient notablement avec la colonne de rectification qui surmonte la chaudière, quoiqu'on n'ait rien changé à la disposi-

Digitized by Google

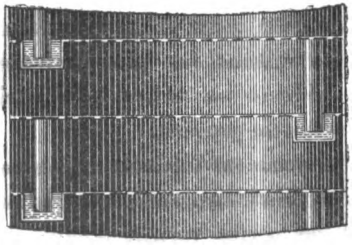
tion de cette dernière, à la surface de chauffe du serpentin, à la température de la vapeur (les gé-

Fig. 6



nérateurs modernes travaillent même souvent à des pressions plus élevées que les anciens, ce qui

Fig. 7



devrait augmenter les pertes) et à la durée de l'opération qui est toujours de 36 à 40 heures.

Digitized by Google

Les pertes sont donc indépendantes de la chaudière et des phénomènes qui s'y passent à moins qu'on ne pousse la négligence jusqu'à tellement laisser incruster les serpentins à vapeur qu'il puisse y avoir surchauffe et encore aucun fait, à notre connaissance, n'indique l'influence d'une surchauffe sur les pertes en alcool. L'influence de la chaudière étant éliminée, il ne nous reste plus à étudier que ce qui se passe dans la colonne proprement dite, et ses accessoires. Or, ceux-ci n'ayant en rien été modifiés dans les appareils Savalle que nous connaissons plus particulièrement et qui, du reste, sont copiés par la plupart des autres constructeurs, nous arrivons, par éliminations successives, à conclure que la construction et le fonctionnement de la colonne sont les seules causes des pertes.

Or, si nous reprenons l'historique des appareils de rectification de la maison Savalle, qui a construit successivement les appareils à calottes rondes multiples, les appareils à plateaux perforés (*fig.* 6 et 7), et enfin les appareils à colonne rectangulaire à longs barbotteurs (*fig.* 8, 9 et 10), nous voyons successivement diminuer les pertes de rectification à mesure que l'appareil s'est perfectionné.

Digitized by Google

Tandis que les colonnes à calottes donnaient

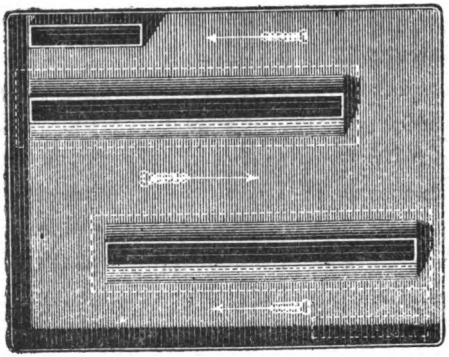


Fig. 8. — Vue en plan.

des parties de 5, 6 et même 8 % ainsi que nous l'avons vu plus haut, la colonne à plateaux perfo-

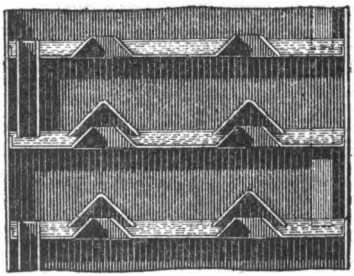


Fig. 9. — Coupe transversale.

rés donne une perte beaucoup moindre, car nous

Digitized by Google

voyons que, sur une marche d'un mois (octobre 1868), chez M. E. Porion à Wardrecques (Pas-de-Calais), une colonne à plateaux perforés ap-

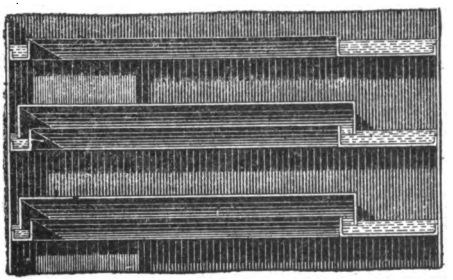


Fig. 10. — Coupe longitudinale.

pliquée à la rectification des alcools de mélasses a donné les résultats suivants (1) :

Alcool	mauvais goût de tête à retravailler.	3 %
//	moyens goûts	21,28
//	extra-fins	71,58
//	mauvais goûts à retravailler. . .	2,36
Perte	, ...	1,78
	Total	100,00

Enfin, si nous arrivons à la rectification dans

(1) *Les distilleries perfectionnées montées par la maison D. Savalle fils et Cie*, 1870, p. 28.

Digitized by Google

l'appareil rectangulaire, nous voyons que, dans une seconde rectification, la perte a été 0,28 (p. 41) et en compulsant les registres de l'ancienne société D. Savalle fils et C^ie^, nous trouvons que, sur plus d'une année, la perte totale de l'usine a été, tout compris, 1,16 %.

Il nous semble bien démontré par là, que les pertes variant avec la forme de la colonne de rectification, toutes choses égales d'ailleurs, sont uniquement imputables à sa disposition et à son fonctionnement et que les hypothèses rappelées ci-dessus ne sont pas soutenables.

Voyons donc en quoi la colonne peut influer sur les pertes. L'explication est très simple :

Nous avons déjà dit que les anciennes colonnes à calottes avaient un nombre assez faible de plateaux, et que la mise en équilibre de tension des vapeurs et du liquide s'y faisait un peu au hasard. Les mauvais goûts arrivaient donc rapidement.

Dans les colonnes à plateaux perforés, la vapeur traverse en bulles minces le liquide qui couvre les plateaux, l'équilibre s'y établit donc mieux, le nombre des plateaux y est un peu plus grand, sans toutefois pouvoir atteindre le nombre adopté dans les meilleures colonnes rectangulaires ; on a donc réalisé un progrès

Digitized by Google

sérieux ; par contre, la division presque infinie du liquide par les bulles de vapeur détermine un entraînement mécanique notable, d'où abaissement de degré dans les plateaux moyens, et ascension encore rapide des impuretés de queue. Enfin, comme nous l'avons montré (p. 44), la chaudière contient encore de l'alcool quand on est déjà arrivé à recueillir les huiles qui annoncent la fin de l'opération.

La colonne rectangulaire, forçant les liquides à circuler en bande étroite au contact d'une nappe mince de vapeur, présente le même avantage que la colonne à plateaux perforés au point de vue de la mise en équilibre de tension des liquides et des vapeurs : par contre, elle supprime l'émulsion et, par suite, les entraînements mécaniques ; enfin sa construction permet d'employer un nombre beaucoup plus grand de plateaux.

Or, nous avons vu que ce nombre joue un rôle capital dans l'opération de la rectification, en permettant, à condensation égale, de mieux retenir les impuretés de queue et éliminer celles de tête.

Nous avons vu également (p. 42) que l'emploi des colonnes rectangulaires à un grand nombre de plateaux permet d'avoir épuisé d'alcool la

Digitized by Google

chaudière et les plateaux inférieurs du rectificateur, dès la fin de la période des bons goûts. Pendant les trois heures que dure la fin de l'opération, le nombre des plateaux à épuiser diminue encore.

Or, à la fin de l'opération, quand les huiles commencent à arriver, on hâte l'épuisement de l'appareil en diminuant l'arrivée de l'eau au condenseur, le degré de l'alcool recueilli à l'éprouvette s'abaisse rapidement, et on arrête l'opération quand l'alcoomètre marque o° plus ou moins rigoureusement. Comme on a hâte d'en finir avec une opération coûteuse, et qui ne fournit que de très mauvais goûts, on vide l'appareil dès que l'alcoomètre accuse o°. Or, l'alcoomètre est très influencé par la tension capillaire des liquides dans lequel il est plongé et ne donne d'indication exacte que dans l'eau alcoolisée pure ; s'il fournit des indications trop faibles en présence d'alcool chargé d'huiles, l'opération est arrêtée trop tôt et la perte est d'autant plus forte qu'il restait plus d'alcool dans la chaudière et la colonne quand on a commencé à laisser tomber le degré. D'après ce que nous avons dit ci-dessus, on doit donc trouver une perte forte avec les anciens appareils à calottes munis d'un nombre restreint de plateaux qui laissent arriver

Digitized by Google

de bonne heure les mauvais goûts, une perte notablement plus faible avec les appareils à plateaux perforés plus nombreux dont la colonne est moins imparfaite, mais dont la chaudière retient encore de l'alcool jusqu'à la fin, enfin une perte encore plus faible quand on emploie les appareils rectangulaires plus parfaits pour retenir les mauvais goûts de queue, et dont une partie seulement de la colonne est encore chargée d'alcool. La vidange des plateaux de ces derniers appareils permet de diminuer encore la perte, tout en procurant une notable économie de temps et de charbon.

L'influence des erreurs de l'alcoomètre suffit donc à rendre compte des pertes à la rectification sans recourir à une explication hypothétique basée sur une destruction de l'alcool.

L'auteur croit devoir confirmer cette explication en reproduisant un tableau qui indique l'influence considérable exercée par la présence de l'alcool amylique (un des principaux constituants des impuretés de queue), sur les indications de l'alcoomètre (1).

(1) SOREL. — *La distillerie française*, 1891, p. 232.

Digitized by Google

Degrés G.L de l'alcool employé	Alcool amylique ajouté	Alcool amylique dans le mélange	Densité	Degrés correspondants		Différence	Erreur %
				Théoriques	Observés		
11°,7	0 %	0 %	0,9848				
	1	0,99	0,9831	13,2	12,0	—1,2	— 9,09
	2	1,96	0,9814	14,8	12,5	—2,2	—15,00
	3	2,91	0,9799	16,3	13,1	—3,2	—19,63
18°	0	0	0,9782				
	1	0,99	0,9766	19,7	18,4	—1,3	— 6,59
	2	1,96	0,9750	21,25	19,0	—2,25	—10,59
	3	2,91	0,9735	22,7	19,0	—2,9	—12,77
25°,3	0	0	0,9708				
	1	0,99	0,9692	26,8	26,1	—0,7	— 2,61
	2	1,96	0,9677	28,2	26,8	—1,4	— 4,99
	3	2,91	0,9662	29,5	27,8	—1,7	— 5,78
	4	3,84	0,9648	30,5	28,5	—2,0	— 6,54
29°,7	0	0	0,9660				
	1	0,99	0,9642	31,0	30,4	—0,6	— 1,94
	2	1,96	0,9630	33,2	31,3	—0,9	— 2,79
	5	4,76	0,9588	35,5	34,5	—1,0	— 2,82
30°,5	0	0	0,9651				
	1	0,99	0,9636	31,75	31,63	—0,13	— 0,8
	2	1,96	0,9621	33,0	32,6	—0,4	— 1,21
	5	4,76	0,9580	35,0	35	—1	— 2,78
	7	6,54	0,9553	38,0	37,4	—0,6	— 1,58

Digitized by Google

Degrés G.L de l'alcool employé	Alcool amylique ajouté	Alcool amylique dans le mélange	Densité	Degrés correspondants		Différence	Erreur %
				Théoriques	Observés		
34°,8	0 %	0 %	0,9597				
	2	1,96	0,9568	37,0	36,6	—0,4	— 1,08
	4	3,84	0,9542	38,7	38,2	—0,5	— 1,29
	8	7,40	0,9491	42,0	41,8	—0,2	— 0,47
	10	9,09	0,9467	43,5	43,4	—0,1	— 0,23
	14	12,28	0,9421	46,0	46,4	+0,4	+ 0,87
39°,6	0	0	0,9529				
	1	0,99	0,9515	40,5	40,3	—0,2	— 0,49
	4	3,84	0,9476	42,9	42,9	—0,2	— 0,49
	8	7,40	0,9428	45,6	45,6	0	0
	10	9,09	0,9405	47,0	47,0	0	0
	15	13,91	0,9351	49,85	50,4	+0,55	+ 1,10
45°,2	0	0	0,9437				
	2	1,96	0,9412	45,5	46,6	+0,1	+ 0,21
	4	3,84	0,9388	47,9	48,2	+0,3	+ 0,62
	8	7,40	0,9342	50,3	50,8	+0,5	+ 1,00
	15	13,91	0,9271	53,9	54,7	+0,8	+ 1,48
	35	25,92	0,9107	61,5	62,7	+1,2	+ 1,95
50°,5	0	0	0,9339				
	2	1,96	0,9316	51,7	51,7	+0,0	+ 0,0
	5	4,76	0,9283	53,3	53,6	+0,3	+ 0,56
	10	9,09	0,9232	55,75	56,6	+0,85	+ 1,52
	20	16,66	0,9143	59,9	61,6	+1,7	+ 2,83
	30	23,07	0,9068	63,2	65,5	+2,3	+ 3,65
	40	28,57	0,9004	66,0	69,6	+3,6	+ 5,45

Digitized by Google

Degrés G.L. de l'alcool employé	Alcool amylique ajouté	Alcool amylique dans le mélange	Densité	Degrés correspondants		Différences	Erreur %
				Théoriques	Observés		
74°,2	0 %	0 %	0,8800				
	2	1,96	0,8783	74,5	74,5	+ 0,0	+ 0,0
	5	4,76	0,8769	75,4	75,4	+ 0,0	+ 0,0
	10	9,09	0,8742	76,5	76,7	+ 0,2	+ 0,26
	20	16,66	0,8694	78,5	78,6	+ 0,4	+ 0,51
82°,2	0	0	0,8583				
	2	1,96	0,8576	82,5	82,5	+ 0.0	+ 0,0
	5	4,76	0,8563	83,0	83,0	+ 0,0	+ 0,0
	10	9,09	0,8545	83,6	83,8	+ 0,2	+ 0,24
89°,3	0	0	0,8369				
	2	1,96	0,8365	89,4	89,4	+ 0,0	+ 0,0
	5	4,76	0,8369	89,5	89,5	+ 0,0	+ 0,0
	10	9,09	0,8350	89,9	90,0	+ 0,1	+ 0,11
	20	16,66	0,8335	90,1	90,2	+ 0,1	+ 0,11
96°,6	0	0	0,8103				
	2	1,96	0,8105	96,5	96,5	+ 0,0	+ 0,0
	5	4,76	0,8109	96,4	96,4	+ 0,0	+ 0,0
	10	9,09	0,8116	96,3	96,3	+ 0,0	+ 0.6

On voit que si les erreurs de l'alcoomètre sont insignifiantes pour le titrage des flegmes mis

Digitized by Google

en œuvre et des alcools à fort degré, dans lesquels se résume finalement la production du rectificateur, elles sont loin d'être négligeables pour les degrés faibles et augmentent à mesure que le degré s'affaiblit, et que le taux d'alcool amylique croît.

On arriverait vraisemblablement aux mêmes conclusions pour les autres impuretés qui accompagnent l'alcool amylique dans les queues de rectification.

Par suite, ainsi que nous le disions plus haut, l'ouvrier rectificateur arrête son appareil trop tôt, et la perte qui en résulte est d'autant plus grande que les mauvais goûts arrivent plus rapidement, parce qu'il reste plus d'alcool dans la chaudière et les plateaux, si le type est mal choisi.

On peut dire qu'industriellement parlant, la perte est inévitable, parce qu'il faudrait dépenser trop de vapeur pour extraire les dernières traces d'alcool. Cette objection est fondée quand il s'agit des anciens types ; mais la disposition nouvelle des rectificateurs rectangulaires avec vidange des plateaux y répond, puisqu'il suffit pour nettoyer l'appareil de vider les plateaux à la fin de la période des bons goûts et qu'alors on ne perd rien.

Digitized by Google

CHAPITRE VII

—

DÉPENSE DE CHALEUR DANS LA RECTIFICATION DISCONTINUE. DÉPENSE POUR LA CONCENTRATION ET POUR LA RECTIFICATION

Pour nous rendre compte de la dépense minima que comporte la rectification discontinue, imaginons d'abord un appareil théorique ne rayonnant pas (nous verrons, du reste, plus loin que cette condition devrait être réalisée pratiquement aussi bien pour la colonne que pour la chaudière), dont la colonne ait un cube négligeable vis-à-vis de la chaudière, et auquel on ne demande que de concentrer l'alcool au degré voulu ; cet appareil idéal sera donc un simple appareil à fort degré. Nous ferons ensuite inter-

Digitized by Google

venir l'influence des rétrogradations nécessaires pour assurer le succès de la rectification.

Nous supposerons également que le liquide contenu dans la chaudière est déjà porté à l'ébullition, et nous tiendrons compte plus loin de la chaleur absorbée dans cette première phase.

Quand il sortira de notre appareil idéal un poids ϖ d'alcool concentré au titre U_c, la chaudière aura fourni un poids P de vapeur, et reçu une certaine quantité d'eau sous forme d'eau alcoolisée bouillante retombant de la colonne. Cette eau alcoolisée aura une richesse variable avec le type d'appareil adopté. Une partie de l'alcool qu'elle ramène se vaporisera dans la chambre à vapeur de la chaudière, une autre viendra se mélanger au liquide en en relevant légèrement le degré; nous pourrons, pour l'étude que nous entamons, appeler *reflux*, non la quantité d'eau alcoolisée qui sort ainsi du dernier plateau, mais la quantité d'eau alcoolisée qui est rentrée réellement dans le liquide de la chaudière au titre actuel de celle-ci, sans nous occuper de la quantité d'alcool qui s'est vaporisée dans la chambre à vapeur. Cela revient à considérer la chambre à vapeur comme partie intégrante de la colonne, et à admettre que les retours de la colonne y ont eu un trajet suffisant pour se mettre exactement

Digitized by Google

en équilibre avec le liquide de la chaudière : cette condition n'est du reste pas hypothétique, elle est réalisée dans les types les plus récents.

Appelons :

R, le poids des reflux ainsi définis ;

U_t, le poids d'alcool anhydre contenu dans un kilogramme de vapeurs émises par la chaudière ;

T_t, le poids d'alcool anhydre contenu dans un kilogramme du liquide existant dans la chaudière actuellement ;

Q, le poids de liquide contenu dans la chaudière quand l'alcool y bout à la température t sous la pression atmosphérique.

Q_1, le poids du liquide contenu dans la chaudière quand elle s'est appauvrie, et que son contenu bout à la température t_1 sous la pression atmosphérique.

Si nous considérons une variation faible du contenu de la chaudière, nous avons le droit de dire que le titre pondéral du liquide bouillant passant de T_t à T_{t1} et étant en moyenne $\frac{T_t + T_{t1}}{2}$, le titre ponderal des vapeurs émises dans le même temps sera $U_{\frac{t + t1}{2}}$, t et t_1 étant les températures d'ébullition du liquide initial et du liquide final.

Digitized by Google

Sous la réserve des définitions précédentes, nous avons les relations :

$$(1) \qquad P U_{\frac{t+t_1}{2}} = \varpi U_e + R T_{t_1}$$

qui indique que tout l'alcool absolu vaporisé se partage entre les reflux et le liquide passant à l'éprouvette

$$(2) \qquad P = \varpi + R$$

qui indique la même chose pour le mélange d'eau et d'alcool.

Nous avons évidemment aussi :

$$(3) \qquad Q_1 = Q - \varpi$$

$$(4) \qquad Q_1 T_{t_1} = Q T_t - \varpi U_e$$

De ces relations, on tire facilement :

$$(5) \qquad \varpi = \frac{Q\left[T_t - T_{t_1}\right]}{U_e - T_1} - \frac{P\left(U_{\frac{t+t_1}{2}} - T_{t_1}\right)}{U_e - T_{t_1}}$$

d'où :

$$(6) \qquad P = Q \frac{T_t - T_{t_1}}{U_{\frac{t+t_1}{2}} - T_{t_1}}$$

Nous pouvons donc calculer P, ϖ, R en fonction de Q, t et t_1.

Déterminons les valeurs successives de P, ϖ,

Digitized by Google

R, Q, pour des appauvrissements successifs de 1° Gay-Lussac dans la chaudière : nous donnerons à Q la valeur initiale 1 000. Nous supposerons qu'on part d'alcool à 45° et qu'on produit de l'alcool à 96°.

Degrés Gay-Lussac	P	ϖ	R	Q_1	Degrés Gay-Lussac	P	ϖ	R	Q_1
45					22				
44	22,2	15,8	6,4	984,2	21	12,9	8,1	4,9	740,0
43	21,5	15,3	6,2	968,9	20	12,8	7,9	5,0	732,1
42	20,7	14,7	6,0	954,2	19	12,7	7,8	5,0	724,3
41	20,0	14,2	5,8	940,0	18	12,6	7,7	5,0	716,6
40	19,4	13,7	5,6	926,3	17	12,5	7,5	5,1	709,1
39	18,9	13,3	5,6	913,0	16	12,4	7,3	5,2	704,8
38	18,3	12,8	5,5	900,2	15	12,3	7,2	5,2	694,6
37	17,8	12,4	5,4	887,8	14	12,3	6,9	5,4	688,2
36	17,3	12,0	5,3	875,8	13	12,4	6,6	5,8	674,9
35	16,7	11,5	5,2	864,3	12	12,5	6,5	6,0	668,4
34	16,2	11,1	5,1	853,3	11	12,6	6,4	6,2	662,0
33	15,8	10,9	4,9	842,4	10	12,8	6,3	6,5	655,7
32	15,4	10,6	4,8	831,8	9	12,9	6,1	6,8	649,6
31	15,0	10,2	4,8	821,6	8	13,2	6,0	7,2	643,6
30	14,8	10,0	4,8	811,4	7	13,5	5,8	7,7	637,8
29	14,5	9,7	4,8	801,7	6	14,2	5,7	8,5	632,1
28	14,2	9,5	4,7	792,2	5	15,0	5,6	9,4	626,5
27	14,0	9,3	4,7	782,9	4	15,8	5,5	10,3	621,0
26	13,8	9,1	4,7	773,8	3	17,3	5,4	11,9	615,6
25	13,6	8,8	4,8	765,0	2	46,1	5,3	14,6	610,3
24	13,4	8,6	4,8	756,4	1	30,1	5,2	24,8	605,0
23	13,2	8,3	4,9	748,1	0	19.9	5,1	41,0	595,9
	13	6,7	5,6	681,5					

Digitized by Google

Naturellement le poids de liquide vaporisé pour une même production d'alcool à 96° croît à mesure que le liquide s'épuise dans la chaudière, mais d'abord très lentement. Ce n'est qu'à partir de 25-20° que ce poids commence à croître rapidement.

Ceci posé, étudions la dépense de calories que comporte cette opération théorique. Comme le liquide change continuellement de composition, nous serons obligés de faire entrer en ligne de compte la chaleur de mélange de l'eau et de l'alcool, et comme on a peu de renseignements sur la façon dont varie cette chaleur de mélange aux diverses températures, tandis que la table de Page et Dupré donne assez complètement cette chaleur pour la température de 0°, nous ferons entrer dans notre calcul les chaleurs totales depuis 0°.

Appelons μ_t, la chaleur de mélange à 0° du liquide alcoolique qui bout à la température t; λ, la chaleur latente de vaporisation de la vapeur qu'il dégage; c_t, sa chaleur spécifique; c'_t, la chaleur spécifique du liquide provenant de la condensation de sa vapeur; μ'_t, la chaleur de mélange de ce liquide à la température de 0°.

Pour échauffer le liquide de la chaudière de 0°

Digitized by Google

à la température t d'ébullition, il faut dépenser à partir de l'eau et de l'alcool séparés :

$$R\left(-\mu + c_t t\right);$$

mais si nous appelons θ la température initiale de ce liquide, il possédait déjà

$$Q\left(-\mu + c_t\theta\right).$$

On a donc dépensé réellement :

$$Q\left(c_t(t-\theta)\right) = Q\left(-\mu + c_t t\right) - Q\left(-\mu + c_t\theta\right).$$

Quand on a vaporisé ensuite un poids P, on a en même temps porté le résidu Q_1 à une température t_1 plus grande que t, on a donc dépensé depuis les éléments eau et alcool à 0°, en tenant compte que Q était déjà à l'ébullition :

$$P\left(\lambda - \mu + c'_t t\right) + Q_1\left(-\mu_{t_1} + c t_1\right) - Q\left(-\mu t + + c_t t\right).$$

Quand on aura évaporé une nouvelle quantité P_1, on aura dépensé :

$$P_1\left(\lambda_1 - \mu_1 + c'_{t_1} t_1\right) + Q_2\left(-\mu t_2 + c_{t_2} t_2 - Q_1\right)\left(-\mu_{t_1} + c_{t_1} t_1\right).$$

et ainsi de suite. Quand donc on aura ramené le résidu à Q_n, on aura dépensé le nombre de calories représenté par :

$$\Sigma\left(P\left(\lambda - \mu + c'_t\right)\right) + Q_n\left(-\mu_{tn} + c_{tn} t_n\right) - \\ - Q\left(-\mu + c_t\theta\right).$$

Digitized by Google

Ceci nous permet d'établir le tableau suivant : nous supposons le liquide mis dans la chaudière à 15°.

Abaissement de degrés	Chaleur dépensée	Alcool obtenu à 96°	Chaleur dépensée par 100 kilog. d'alcool à 96°	Chaleur dépensée par hectolitre d'alcool à 96°	Charbon dépensé par hectolitre d'alcool à 96° (1)
	cal.		cal.	cal.	
chauffage	69 116	//	17 107	13 852	3kg,96
45 — 40	32 300	74kg,0	43 649	35 530	10, 15
40 — 35	27 399	62, 4	43 908	35 741	10, 21
35 — 30	21 821	53, 2	41 017	33 388	9, 54
30 — 25	22 288	46, 8	47 624	38 766	11, 07
25 — 20	24 068	41, 1	58 559	47 667	13, 62
20 — 15	25 282	37, 0	68 329	55 620	15, 89
15 — 10	27 545	32, 9	83 115	65 648	18, 75
10 — 5	32 288	29, 6	109 081	88 792	25, 37
5 — 3	16 277	10, 9	149 330	121 554	34, 73
3 — 1	27 633	10, 6	260 688	212 200	60, 63
1 — 0	26 950	5, 1	528 431	430 143	122, 89
Total .	353 967	403kg,6	87 702	71 389	20kg,39

Il est clair que l'on devait s'attendre à une énorme augmentation de la dépense dès que le titre baissait fortement dans la chaudière du rectificateur.

(1) On suppose que le rendement industriel est de 3 500 calories par kilogramme de charbon.

Digitized by Google

Toutefois on a pu, dans certains types de rectificateurs, réduire notablement cette dépense en s'arrangeant de façon que la chaudière proprement dite fût épuisée quand il restait encore de l'alcool dans le restant de l'appareil. Dans ce cas, ce n'est pas l'appareil complet qu'il faut en fin d'opération considérer comme chaudière, mais la partie de la colonne contenant de l'alcool et l'on n'arrive jamais à la dépense énorme de 60 et 120 kilogrammes de charbon indiquée ci-dessus, parce que le plateau générateur de vapeur n'est pas à épuiser. L'alcool restant dans la colonne en est extrait sans avoir été distillé.

Par contre, nous n'avons envisagé ci-dessus le problème qu'au point de vue de la production d'alcool à 96°; or, nous avons dit déjà que, pour obtenir de l'alcool réellement rectifié, il faut qu'un grand nombre de plateaux soient au maximum de concentration, c'est-à-dire à 96°.

Nous ne pouvons donc plus donner là immédiatement de chiffres purement théoriques; la dépense supplémentaire venant de la condensation nécessaire pour maintenir la quantité convenable de plateaux à fort degré variera suivant la construction de l'appareil et la perfection avec laquelle les échanges se font entre les liquides et les vapeurs ; nous y reviendrons plus loin. Plus

Digitized by Google

le nombre de plateaux sera considérable, plus on pourra, en fin d'opération, laisser de plateaux à des degrés faibles, formant une transition lente entre l'état de la chaudière déjà très épuisée et celui des plateaux à fort degré. Par suite, plus le nombre de plateaux sera considérable, moins il faudra condenser d'alcool pour maintenir la colonne en bon état de fonctionnement.

De même, plus les échanges entre les vapeurs et les liquides s'exécuteront d'une façon parfaite dans les plateaux, moins il y aura d'entraînements mécaniques d'un plateau inférieur à un plateau supérieur, moins aussi on aura de peine à empêcher la colonne d'être envahie trop tôt par des liquides à bas degré. Par suite, moins on aura d'alcool à condenser en haut pour maintenir le bon fonctionnement.

Or, nous avons vu (p. 44) que, dans un appareil Savalle à plateaux perforés, lorsque l'on est déjà en pleine production de moyens goûts de queues, le contenu de la chaudière titrait encore de 8°,3 à 8°,5, 4 heures 40 minutes avant la fin de l'opération, tandis que (p. 42) dans un appareil Savalle à plateaux rectangulaires, à la même époque, le plateau inférieur de la colonne était déjà épuisé.

Nous pouvons entrer davantage dans le vif

Digitized by Google

de la question, grâce à des expériences faites par M. Mohler sur un rectificateur Savalle rectangulaire n° 10 à 49 plateaux établi dans l'usine de Mazingarbes (Pas-de-Calais). Des prises d'essai pratiquées sur la colonne ont donné les indications suivantes :

ÉTAT DE LA COLONNE A LA FIN DE LA PÉRIODE DES BONS GOUTS.

Chaudière		— 1° GL à + 10° Cent		Eau légèrement trouble
4e plateau à partir du bas		— 1°	//	//
9e	//	— 1°	//	//
14e	//	— 1°	//	//
19e	//	— 1°	//	Eau très légèrement trouble
24e	//	0	//	//
29e	//	+ 3°,4	15°	Eau légèrement trouble
34e	//	+ 5°,4	//	//
39e	//	+ 13°,6	//	Odeur forte, surnageant le liquide
44e	//	+ 87°,1	//	Odeur moyens goûts
49e	//	+ 94°,3	//	//

Ainsi 2 heures et demie avant la fin de l'opération, non seulement la chaudière mais la moitié au moins de la colonne étaient absolument épuisées, et l'on n'avait à prendre comme moyens et mauvais goûts que le contenu de la moitié des plateaux. Fort vraisemblable

Digitized by Google

ment le titre de 60° correspondait au 42e plateau.

Quatre heures auparavant, on trouvait :

Chaudière	0,2 à 15° C	
4e plateau	1,8 //	Eau trouble
9e //	2,2 //	//
14e //	41,5 //	Trouble, huiles
19e //	90 //	Limpide, moyens goûts

En présence de telles différences présentées par deux types de rectificateurs, il n'y a pas lieu de s'étonner que les consommations de vapeur soient éminemment variables quand on passe d'un type à l'autre.

Avec les anciens rectificateurs à calottes dont il a déjà été question, on atteignait et dépassait 400 kilogrammes de vapeur par hectolitre d'alcool passant à l'éprouvette dans la période des bons goûts.

Nous avons dit que le rectificateur à plateaux perforés procurait une augmentation de rendement considérable, il procure également une économie de vapeur, car nous trouvons les renseignements suivants (1) :

(1) J. P. Roux. — *La Fabrication de l'alcool et la rectification*, G. Masson, 1883.

Digitized by Google

« Le 7 mai 1881, M. Ch. Droulers-Prouvost, de Roubaix, constatait que son ancien rectificateur (à plateaux perforés) dépensait 318 kilogrammes de vapeur par chaque 100 litres coulant à l'éprouvette. Le 18 janvier 1882, MM. Springer et Cie, à Maisons-Alfort, constataient qu'ils dépensaient, par leurs anciens rectificateurs, 310 kilogrammes de vapeur par chaque hectolitre coulant à l'éprouvette. »

En ce qui concerne les rectificateurs rectangulaires, on arrive à une nouvelle diminution : nous avons accusé, dans le *Journal de la distillerie française*, d'après des essais faits à Croisset, une dépense variant de 196 à 205 kilogrammes de vapeur par hectolitre d'alcool pendant la période des bons goûts.

A la suite d'une discussion, l'auteur a fait reprendre de nouveaux essais sur un type de rectificateur analogue et de même puissance à l'Usine de Mazingarbes : l'alcool coulant à l'éprouvette marquait 97° fort, et la rétrogradation était réglée de façon à obtenir le plus possible de fins goûts de premier jet (82 %). Un essai de 2 heures et demie a donné, le 29 décembre 1892, une consommation de vapeur de 205 kilogrammes par hectolitre d'alcool fin à 97°, avec un coulage de 453 litres à l'heure pour un ap-

Digitized by Google

pareil n° 10. La température aux générateurs était de 165°, la température à la sortie des serpentins était 85° C.

Un second essai, fait le 1er janvier, avec une pression un peu plus faible aux générateurs et un coulage à l'éprouvette de 468 litres d'alcool à 97° à l'heure a donné une consommation de 211 kilogrammes.

On peut donc admettre pendant la période des bons goûts une dépense de vapeur de 207 kilogrammes par hectolitre d'alcool absolu, quand on produit de l'alcool à 96°,5 et de 215 kilogrammes par hectolitre d'alcool absolu quand on produit de l'alcool à 97°.

Reste la fin de l'opération, dans le cas général où l'on cherche à obtenir les moyens et mauvais goûts par rectification, au lieu de se contenter de les extraire directement des plateaux comme dans les derniers types des appareils Savalle.

Nous avons montré qu'en fin d'opération il y avait forcément un accroissement notable de dépenses.

Voici ce que nous observons sur l'appareil n° 10 de Mazingarbes (essai du 5 janvier 1893) :

Digitized by Google

ESSAI DU 5 JANVIER 1893

Charge du rectificateur . . .	$187^{hl},74$ alcool à 100°
Volume total dans la chaudière	400 hectolitres
Volume total des mauvais et moyens goûts de queue produits	$9^{hl},72 = 8^{h},86$ à 100°
Soit pour 100 de la charge . .	4,73 %
Coulage par heure à l'éprouvette	448 litres
Température de l'eau de condensation à la sortie du serpentin de chauffage	98°
Volume de cette eau	2 820 litres
Volume par hectolitre passant à l'éprouvette	290 litres
Poids par hectolitre passant à l'éprouvette	278 kilogrammes

Il y a donc un intérêt colossal à choisir le type d'appareil à rectifier le plus perfectionné, et à arrêter l'opération le plus tôt possible en vidant artificiellement les plateaux au lieu de dépenser de la vapeur pour extraire les mauvais et moyens goûts de queue, et de souiller tout l'appareil avec les huiles.

Dans le cas que nous venons d'étudier, nous avons trouvé que 1 kilogramme de la houille employée vaporisait $6^{kg},732$ d'eau. La dépense de combustible était donc de 30,4 à $31^{kg},3$ par hectolitre d'alcool à 97° pendant la période des bons goûts, et de $41^{kg},2$ par hectolitre d'alcool pendant la période des moyens et mauvais goûts de queue.

Digitized by Google

CHAPITRE VIII

—

ÉTAT DES PLATEAUX D'UN RECTIFICATEUR. DÉPENSES AUX DIFFÉRENTES PHASES DE LA RECTIFICATION

Nous avons vu précédemment que la concentration de l'alcool jouait un rôle prépondérant dans l'acte de la rectification et que les diverses impuretés qui accompagnent l'alcool ne pouvaient être isolées qu'en présence d'alcool concentré.

D'autre part, la concentration de l'alcool s'obtient par la condensation d'une partie des vapeurs. Nous avons donc à chercher comment cette condensation agit par sa quantité sur l'état des compartiments successifs d'un appareil à rectifier.

Digitized by Google

Pour commencer par un cas simple, imaginons que la colonne entière d'un rectificateur est à l'abri du rayonnement; la condensation ne se produira donc que dans une pièce spéciale extérieure à la colonne, au contact de parois refroidies artificiellement : on appelle cette pièce tantôt *condenseur*, tantôt (mais improprement) *analyseur*.

L'alcool condensé dans cette pièce retourne à une température plus ou moins élevée dans la colonne et s'y trouve de nouveau porté à l'ébullition dans les deux ou trois compartiments supérieurs.

Rien ne nous empêche de considérer ces plateaux comme faisant partie d'un condenseur théorique, de sorte que nous pouvons admettre pour l'étude qui nous intéresse que l'alcool sort de la colonne de rectification sous forme de vapeurs engendrées par un liquide bouillant, et y rentre sous forme d'un liquide bouillant.

Considérons donc une colonne à rectifier, et appelons, comme précédemment :

A, le poids d'alcool bouillant rentrant par unité de temps dans la colonne à rectifier, par notre condenseur théorique;

B, le poids de vapeurs sortant de la colonne pour pénétrer dans notre condenseur théorique;

Digitized by Google

E, le poids d'alcool arrivant dans l'unité de temps à l'éprouvette, c'est-à-dire ayant échappé à l'action du condenseur ;

V_n, le poids de vapeurs qui passent dans l'unité de temps de l'étage n à l'étage $n - 1$;

P_n, le poids des liquides qui passent dans l'unité de temps de l'étage n à l'étage $n + 1$.

t, la température d'un plateau ;

τ, la température du plateau immédiatement inférieur ;

U_n, le taux $^0/_0$ en poids d'alcool dans les vapeurs que dégage le n^e plateau ;

T_n, le taux $^0/_0$ en poids d'alcool dans le liquide du n^e plateau ;

a, le taux $^0/_0$ en poids d'alcool dans le liquide A ;

b, le taux $^0/_0$ en poids d'alcool dans le liquide B ;

e, le taux $^0/_0$ en poids d'alcool dans le liquide E ;

Q, le total du nombre de calories absorbées dans le condenseur, et entraînées par unité de poids de vapeurs, arrivant au réfrigérant.

α, le rapport $\frac{A}{B}$.

Digitized by Google



μ_b, λ_b, c_b, t_b, les chaleurs de mélange à 0°, chaleur latente de vaporisation, chaleur spécifique à l'état liquide, température de la vapeur B.

μ_a, c_a, t_a, les chaleurs de mélange, chaleur spécifique, température du liquide A.

μ_t c_t, les chaleurs de mélange, chaleur spécifique du liquide bouillant à la température t.

μ_θ, c_θ, λ_θ, les chaleurs de mélange, chaleur spécifique à l'état liquide, chaleur latente de vaporisation des vapeurs dégagées par le liquide bouillant à la température θ.

Nous aurons la relation évidente :

$$(1) \qquad Bb = Aa + Ee$$

ou, nous rappelant que $A = B\alpha$

$$(2) \qquad E = B(1 - \alpha)$$

$$b = a\alpha + e(1 - a)$$

Les données physiques, la connaissance du rapport α et du titre e, déterminent a et e en fonction de b, nous avons

$$a = \frac{b - e(1 - \alpha)}{\alpha}.$$

Digitized by Google

Considérons maintenant ce qui se passe dans la colonne et admettons que nous avons un appareil dont la chaudière soit assez grande pour ne subir que des modifications très lentes ; nous pourrons, avec une très grande approximation, écrire que le régime est permanent, c'est-à-dire que tout ce qui entre dans un tronçon déterminé de l'appareil, quel que soit ce tronçon, est égal à ce qui en sort.

Ayons en vue le tronçon compris entre le n^e plateau et la sortie du condenseur.

Il y entre le poids V_{n+1} de vapeurs, il en sort le poids E de vapeurs et le poids P_n de liquide ; nous avons donc :

$$V_{n+1} - P_n = E; \tag{3}$$

de même, en ce qui concerne l'alcool absolu :

$$V_{n+1} U_{n+1} - P_n T_n = Ee. \tag{4}$$

Écrivons aussi la permanence du régime pour la chaleur :

$$\left\{ \begin{array}{l} V_{n+1} (-\mu\tau_{n+1} + \lambda\tau_{n+1} + c\tau_{n+1}\tau_{n+1}) - \\ \qquad - P_n (-\mu_{tn} + c_{tn}t_n) + EQ \end{array} \right. \tag{5}$$

Digitized by Google

Eliminons V_{n+1} entre ces équations :

$$(6) \qquad E(e - U_{n+1}) = P_n(U_{n+1} - T_n)$$

$$(7) \begin{cases} E\left[Q - (-\mu\tau_{n+1} + \lambda\tau_{n+1} + c\tau_{n+1}\tau_{n+1})\right] = \\ = P_n\left[-\mu\tau_{n+1} + \lambda\tau_{n+1} + c\tau_{n+1}\tau_{n+1} - \right. \\ \left. - (-\mu_{tn} + c_{tn}t_n)\right] \end{cases}$$

d'où, en éliminant E et P :

$$\frac{e - U_{n+1}}{U_{n+1} - T_n} =$$

$$\frac{Q - (-\mu\tau_{n+1} + \lambda\tau_{n+1} + c\tau_{n+1n}\tau_{n+1}}{-\mu\tau_{n+1} + \lambda\tau_{n+1} + c\tau_{n+1}\tau_{n+1} - (-\mu_n + c_{tn}t_n)}$$

d'où l'on tire facilement :

$$(8) \begin{cases} \frac{e - U_{n+1}}{e - T_n} = \\ = \frac{Q - (-\mu\tau_{n+1} + \lambda\tau_{n+1} + c\tau_{n+1}\tau_{n+1})}{Q - (-\mu_{tn} + c_{tn}t_n)} \end{cases}$$

Ainsi, connaissant le degré de l'alcool qui coule à l'éprouvette, et nous donnant la valeur de Q, ou, ce qui revient au même, nous donnant dans cette valeur la seule variable, c'est-à-dire la quantité de chaleur extraite dans le condenseur, nous pouvons déterminer la com-

Digitized by Google

position des vapeurs s'échappant du plateau $n+1$, compatible avec la composition du liquide contenu dans le plateau de rang n.

Il suffit pour cela d'approximations successives ou d'une courbe d'erreur.

Mais si l'équation est toujours susceptible d'une solution algébrique, elle ne nous intéresse que dans les limites où elle donne une solution pratique, nous devons donc lui adjoindre la condition que chaque plateau contient de l'alcool tout au plus aussi riche que le plateau immédiatement supérieur : nous arrivons donc à trouver entre les variables une relation limite :

$$(9)\qquad \frac{e-U_n}{e-T_n}=\frac{Q-(-\mu\tau_n+\lambda\tau_n+c\tau_n\tau_n)}{Q-(-\mu_{tn}+c_{tn}t_n)}$$

d'où :

$$(10)\qquad \left\{\begin{array}{l} Q=-\mu_{tn}+c_{tn}t_n+\dfrac{e-T_n}{U_n-T_n}\times \\ \times\left[-\mu\tau_n+\lambda\tau_n+c\tau_n\tau_n-(-\mu_{tn}+c_{tn}t_n)\right] \end{array}\right.$$

Pour fixer les idées par un exemple, supposons que l'alcool à l'éprouvette soit à 96°,6 Gay-Lussac, et donnons-nous pour le plateau limite un degré déterminé, nous en déduirons les valeurs corres-

Digitized by Google

pondantes de Q ; nous arrivons ainsi au tableau suivant :

Valeur limite de Q	Degrés dans le plateau correspondant		
400	96°,4		
500	96, 3		
600	96, 2		
665		35°,0	
700	96, 1	45°,5	28°,0
800	95, 95	80, 0	15, 0
900	95, 80	88, 7	12, 2
1 000	95, 60	91, 9	10, 6
1 100	95, 40	92, 5	9, 4
1 200	95, 10	93, 0	8, 3
1 250	94, 60	93, 7	7, 9
1 260	94°,2		
1 300			7, 5
1 500			6, 0
1 600			5, 4
2 000			3, 5
4 000			1, 8
6 000			1, 2

Pour toute valeur de Q inférieure aux limites indiquées dans ce tableau, la solution devient impossible. Par suite, si nous nous donnons la condition d'avoir, dans la colonne, des degrés aussi élevés que possible, c'est-à-dire supérieurs à 94°,2 il faut que la vapeur sortant de la colonne

Digitized by Google

perde 1 260 calories par kilogramme d'alcool coulant à l'éprouvette.

Pour toute valeur de Q supérieure à 1 260, nous trouverons une solution.

Nous arrivons donc ainsi au minimum de dépense que comporte un rectificateur monté dans les conditions du meilleur fonctionnement.

Il est clair que, dans la pratique, on ne peut se tenir à ce minimum. Si on le faisait par hasard, la moindre modification de régime amènerait une perturbation absolue de l'appareil, puisqu'il se trouverait à l'état d'équilibre instable. On est ainsi amené à forcer la dépense théorique et à admettre une dépense supérieure. D'autre part, la vapeur provenant de la chaudière se condense en partie dans la tuyauterie et au passage à la soupape du régulateur. Or, ce qu'on recueille comme mesure de la vapeur utilisée est la somme de celle-ci et de l'eau condensée antérieurement. Supposons donc un excédent de 10 % et prenons 1 400 calories en chiffres ronds.

Or, admettons que la vapeur d'eau nécessaire au chauffage arrive à 160° de température, et que l'eau condensée sorte du serpentin de chauffe à 85° (chiffre d'observation sur l'appareil

Digitized by Google

de Mazingarbes déjà cité), chaque kilogramme de vapeur aura fourni :

$$606{,}5 + 0{,}305 \times 160 - 85 = 570 \text{ calories.}$$

Donc pour recueillir à l'éprouvette 100 kilogrammes d'alcool à 96°,6, on aura dépensé :

$$140\,000 : 570 = 246 \text{ kilogrammes de vapeur,}$$

supposée saturée et sèche.

Par suite, l'hectolitre d'alcool à 96°,6 pesant $81^{kg},2$, on aura dépensé par hectolitre recueilli : $246 \times 81{,}2 = 199^{kg},7$, ou, en rapportant à l'hectolitre d'alcool absolu, 205 kilogrammes de vapeur.

Ce chiffre est identique au maximum de dépenses constatées sur le rectificateur n° 10 de Croisset (p. 94) pour la production d'alcool à 96°,5.

Si l'on voulait économiser de la vapeur, on serait réduit à avoir en haut du rectificateur de l'alcool à degré beaucoup plus faible, comme le montre la comparaison entre les colonnes du tableau précédent. Par exemple, si l'on voulait, comme l'affirment quelques constructeurs, descendre à une dépense de 145 kilogrammes de vapeur par hectolitre d'alcool absolu, soit à 150 kilogrammes par hectolitre d'alcool à 96°,5

Digitized by Google

pesant $81^{kg},2$, la dépense par kilogramme d'alcool coulant à l'éprouvette serait de $1^{kg},846$ de vapeur, soit de $1,846 \times 570 = 1052$ calories. L'alcool ne serait plus en haut de la colonne qu'à $92°,25$ environ, et le régime permanent ne se maintiendrait que jusqu'au plateau chargé d'alcool à 10°.

Tous ces calculs reposent sur l'hypothèse de l'existence du régime permanent dans la colonne. Or, ce régime ne peut se maintenir qu'autant que la chaudière ne fournit pas d'alcool tellement faible que sa rencontre avec les liquides contenus dans les plateaux donne un mélange de degré inférieur au degré de la dernière colonne du tableau précédent correspondant à la chaleur dépensée. Par exemple, à une dépense de 1 400 calories correspond une limite minima de $6°,7$.

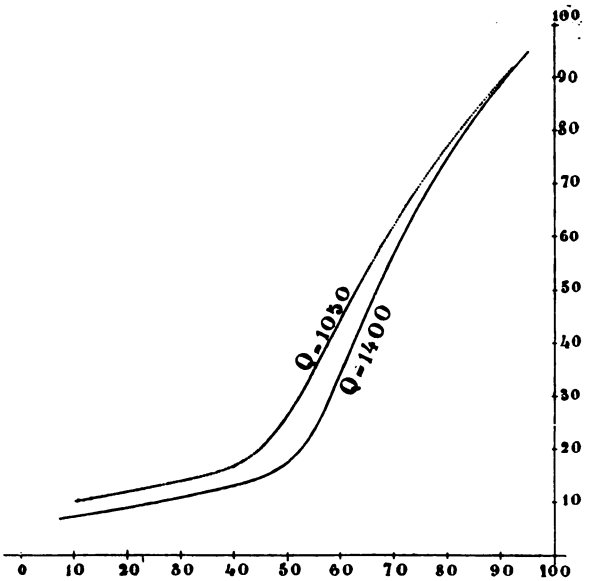
A partir du moment où il n'en est plus ainsi, la colonne de liquide fort est peu à peu refoulée de plateau en plateau, et l'on doit prendre, pour calculer la dépense, les chiffres du tableau de la p. 89, donnant la dépense nécessaire pour amener à $96°,5$ le liquide à rectifier; toutefois il faut prendre pour le degré de l'alcool, non pas celui qui est dans la chaudière, mais la moyenne du degré de l'alcool contenu dans les plateaux où

Digitized by Google

le régime permanent est devenu impossible. On voit que la dépense croît très rapidement.

Ceci posé, et la valeur de Q étant donnée,

Fig. 11



nous pouvons déduire de la relation (8) le degré de l'alcool contenu dans un plateau, étant donné le degré de l'alcool dans le plateau immédiatement supérieur.

Les courbes de la *fig.* 11 donnent la solution du problème pour les valeurs Q = 1 400 et Q = 1 050.

Digitized by Google

Si l'on prend sur la ligne des abscisses le degré du plateau considéré, on trouve le degré du plateau immédiatement inférieur à la rencontre de l'ordonnée correspondante et de la courbe.

Plateau à	Plateau immédiatement inférieur	
	Q = 1 400	Q = 1 050
95°	94°,95	//
94	93, 9	//
93	92, 83	//
92	91, 79	91°,95
91	90, 60	90, 90
90	89, 40	89, 70
85	82, 05	83, 17
80	74, 80	77, 20
70	56, 90	61, 80
60	34, 00	44, 60
50	17, 50	26, 00
40	13, 20	16, 45
30	10, 65	13, 85
20	8, 75	11, 75

La courbe qui correspond à Q = 1 400 se confond presque à sa partie supérieure avec une droite inclinée à 45° : c'est-à-dire que la partie la seule efficace au point de vue de la rectification est occupée par de l'alcool concentré et le contenu des divers plateaux diffère à peine. Au contraire, la partie moyenne s'incline fortement

Digitized by Google

et il y a une très grande différence entre les contenus des plateaux successifs. En d'autres termes, il n'y a qu'un très petit nombre de plateaux chargés d'alcool faible, et presque toute la colonne est réellement utilisée pour la séparation des impuretés.

Si l'on diminue la valeur de Q, la courbe s'écarte davantage de la droite à 45°, on a des plateaux moins riches à la partie supérieure de la colonne, et plus de plateaux à bas degré à la partie inférieure, l'alcool se rectifie donc moins bien.

Voici d'ailleurs le relevé des degrés trouvés dans les plateaux d'un appareil de rectification à diverses périodes :

Récipients	Milieu de l'opération	2 heures avant les moyens goûts de queue	Fin des bons goûts
Eprouvette	96°,7	96°,7	96°,0
49e plateau	96, 3	96, 3	94, 3
44	95, 9	96, 2	87, 1
39	95, 6	96, 0	13, 6
34	95, 3	95, 7	5, 4
29	95, 0	95, 2	3, 4
24	94, 6	94, 4	0
19	94, 0	92, 7	0
14	93, 3	87, 4	0
9	92, 0	9, 7	0
4	87, 5	0, 5	0
Chaudière	33, 6	0	0

Digitized by Google

La dépense avait été de 211 kilogrammes de vapeur par hectolitre d'alcool absolu, soit de 1 580 calories par kilogramme d'alcool coulant à l'éprouvette.

Dans les calculs précédents, nous avons supposé qu'il n'y avait aucune perte par rayonnement, et que toute la chaleur enlevée pour la rectification était soustraite à la vapeur d'alcool dans un organe extérieur, le condenseur.

Cette hypothèse est sensiblement réalisée avec les très grands rectificateurs placés dans une chambre généralement très chaude : dans ce cas, en effet, la perte de chaleur par rayonnement de la colonne devient sensiblement négligeable.

Il n'en est plus ainsi pour les petits rectificateurs ; à mesure que la production diminue, le périmètre diminue également, mais d'une façon beaucoup moins rapide : par suite, on peut dire que le rayonnement exerce une influence d'autant plus sensible que la production devient plus faible.

Le rayonnement doit donc, dans le cas de petits rectificateurs, entrer en ligne de compte. C'est-à-dire qu'à mesure qu'on se rapproche de la chaudière on doit donner à Q une valeur de plus en plus élevée, et croissant d'autant plus vite que l'appareil est plus petit.

Digitized by Google

Si l'on cherche à ne pas dépenser plus de vapeur qu'avec un gros rectificateur, on est donc amené à diminuer l'action du condenseur ; comme nous l'avons vu plus haut, le degré s'abaisse dans les plateaux supérieurs et, par suite, la rectification est moins parfaite ; ce défaut s'accentue d'ailleurs dans beaucoup de rectificateurs, par le fait que des raisons d'économie et de stabilité amènent souvent à diminuer dans ces petits appareils le nombre des plateaux.

Pour nous rendre compte du fonctionnement d'un rectificateur exposé à un grand rayonnement, prenons le cas de l'appareil à boules et à toiles métalliques qui est employé si souvent dans les laboratoires. Dans cet appareil, le rayonnement seul intervient pour déterminer la concentration de l'alcool ; il n'y a pas de condenseur.

Considérons donc un de ces appareils surmontant un ballon chargé d'eau alcoolisée très faible, et auquel on demande de fournir de l'alcool relativement concentré, à 92° par exemple. On sait que, dans ce cas, on est obligé de mener l'opération très lentement et, par suite, le refroidissement par rayonnement devient très considérable pour un kilogramme d'alcool recueilli.

La chaleur totale (comptée comme toujours depuis l'eau et l'alcool non mélangés à 0°) en-

Digitized by Google

levée par la vapeur à 92° Gay-Lussac, qui sort de la dernière boule, est 310 calories par kilogramme de vapeur.

Admettons que chaque boule absorbe 200 calories par kilogramme d'alcool à 92° sortant de l'appareil, et que l'alcool sur la toile de la boule la plus élevée ait 90°,25. La chaleur Q_1 perdue pour la première boule sera $Q_1 = 310 + 200 = 510$.

Dans la 2e boule on aura		$Q_2 =$	710,	ce qui donne pour l'alcool	88°,25
//	3e //	$Q_3 =$	910	//	86,
//	4e //	$Q_4 =$	1110	//	82, 10
//	5e //	$Q_5 =$	1310	//	76, 1
//	6e //	$Q_6 =$	1510	//	64, 0
//	7e //	$Q_7 =$	1710	//	37, 0
//	8e //	$Q_8 =$	1910	//	10, 0
//	9e //	$Q_9 =$	2110	//	2, 4
//	10e //	$Q_{10} =$	2310	//	2, 3

On voit qu'avec une dépense énorme, on arrive à bien concentrer, mais on n'a pas réellement rectifié, car la moitié des plateaux sont chargés d'alcool à bas degré, incapable de retenir les impuretés de *queue*. C'est du reste ce qui oblige, dans le dosage de ces impuretés, à reprendre l'alcool concentré obtenu par une première opération, et à le dessécher sur un grand excès de carbonate de potasse pour le traiter de nouveau dans l'appareil, mais à l'état concentré. Dans ce cas seulement, on se trouve dans les

Digitized by Google

conditions de concentration obtenues directement dans le rectificateur industriel, grâce à l'emploi bien réglé du condenseur.

Si, au lieu de laisser le rayonnement intervenir un peu au hasard des conditions extérieures, comme dans l'appareil précédent, on détermine le refroidissement et, par suite, la condensation en plongeant l'appareil dans des bains à température constante, température inférieure légèrement à celle de l'alcool concentré et bouillant, on arrive également à soutirer progressivement la chaleur aux liquides et vapeurs, et à les concentrer progressivement; dans ce genre d'appareils Q ira en décroissant de bas en haut, puisque le liquide extérieur est à température constante, et que le liquide alcoolique intérieur bout à une température d'autant plus basse qu'il est plus concentré. On arrivera à coup sûr à avoir à l'extrémité de l'alcool concentré et pour lequel les conditions se trouveront les mêmes que dans l'appareil ordinaire, pourvu que l'alcool puisse chaque fois se mettre en équilibre de température dans chaque section. Autrement, les parties centrales peuvent avoir une composition fort différente de celle des parties périphériques et la rectification est impossible. Mais les résultats sont les mêmes que ceux

Digitized by Google

indiqués pour les rectificateurs ayant un grand rayonnement, c'est-à-dire qu'ils sont médiocres.

Il nous reste à envisager un cas, celui où la vapeur entraîne mécaniquement d'un plateau à l'autre une certaine quantité de liquide. Supposons que cette quantité soit BV.

Plus B sera grand, plus chaque plateau sera affaibli par l'apport d'un liquide dilué venant du plateau immédiatement inférieur. Par suite moindre sera la différence entre deux plateaux consécutifs. En d'autres termes, plus B sera grand, plus il y aura de plateaux de richesse intermédiaire entre celle de la chaudière et celle du plateau le plus élevé, et moins grande sera la partie de la colonne réellement utilisée pour la séparation des impuretés. D'autre part, ces entraînements mécaniques facilitent l'ascension des corps de queue. On se trouve donc en très mauvaise posture. Pour lutter contre ces inconvénients, on est obligé de donner à Q une valeur très grande, de façon à limiter la hauteur de la colonne où se fait la concentration proprement dite, et cela d'autant plus que le nombre de plateaux compatibles avec le système de construction est plus faible. La possibilité d'entraînements mécaniques est donc une source considérable de dépense de vapeur.

Digitized by Google

CHAPITRE IX

—

RELATION ENTRE LES QUANTITÉS DE LIQUIDE ET DE VAPEUR QUI TRAVERSENT UN COMPARTIMENT DU RECTIFICATEUR

Nous avons vu, dans le Chap. III, que la façon dont les impuretés sont retenues dans les plateaux successifs dépend à la fois de la solubilité de ces impuretés et du rapport $\frac{V_n}{P_n}$ du poids de vapeurs au poids de liquide traversant chaque plateau dans l'unité de temps.

Reprenons les équations (3) et (4) de la p. 101, nous avons :

$$V_{n+1} - P_n = E$$

$$V_{n+1} U_{n+1} - P_n T_n = Ee$$

Digitized by Google

d'où nous déduisons :

$$V_{n+1} = E\,\frac{e - T_n}{U_{n+1} - T_n}$$

$$P_n = E\,\frac{e - U_{n+1}}{U_{n+1} - T_n}.$$

D'autre part, écrivons la permanence du régime pour le plateau de rang n :

$$V_{n+1} + P_{n-1} = V_n + P_n.$$

De ces trois relations, il est facile de déduire :

$$\frac{V_n}{P_n} = \frac{(e - T_{n-1})(U_{n+1} - T_n)}{(e - U_{n+1})(U_n - T_{n-1})}.$$

Si nous nous reportons à la table de la p. 110, nous voyons qu'au milieu de l'opération, le titre moyen entre le 49e et le 44e plateau est 96°,1 compris entre 96,2 et 96,0, la valeur de $\frac{V_n}{P_n}$ est donc 1,02.

Pour aller plus loin, nous sommes obligés de recourir au tableau de la p. 109, nous trouvons alors pour Q = 1 400 et Q = 1 050, selon la valeur de $\frac{V_n}{P_n}$, les titres indiqués dans le tableau de la page suivante.

Digitized by Google

Rang des plateaux	Q = 1400	Q = 1050
n-1e plateau	90°,4	90°,2
n^e //	90,	90,
$n+1^e$ //	89, 4	89, 6
	$\frac{V_n}{P_n}$ 1,24	$\frac{V_n}{P_n}$ 1,25
n-1e plateau	83°,2	82°,1
n^e //	80,	80,
$n+1^e$ //	74, 8	77, 2
	$\frac{V_n}{P_n}$ 1,28	$\frac{V_n}{P_n}$ 1,42
n-1e plateau	77°,1	75,°0
n^e //	70,	70,
$n+1^e$ //	56, 9	61, 8
	$\frac{V_n}{P_n}$ 1,40	$\frac{V_n}{P_n}$ 1,47
n-1e plateau	71°,6	68°,9
n^e //	60,	60,
$n+1^e$ //	34, 0	45, 6
	$\frac{V_n}{P_n}$ 1,44	$\frac{V_n}{P_n}$ 1,58
n-1e plateau	66°,6	63°,0
n^e //	50,	50,
$n+1^e$ //	17, 5	26,
	$\frac{V_n}{P_n}$ 1,49	$\frac{V_n}{P_n}$ 1,67
n-1e plateau	62°,4	57°,4
n^e //	40,	40,
$n+1^e$ //	13, 2	22, 6
	$\frac{V_n}{P_n}$ 1,55	$\frac{V_n}{P_n}$ 1,70

Aussi le rapport $\frac{V}{P}$ croît rapidement à mesure que le degré s'abaisse, et d'autant plus que la perte de chaleur est moindre au-dessus du plateau considéré.

Digitized by Google

Dans le cas où le rayonnement vient à intervenir, la dépense de chaleur relative à un plateau croît d'autant plus que le plateau est plus voisin de la chaudière, la valeur de $\frac{V}{P}$ diminue et se rapproche pour les plateaux inférieurs de la dépense d'une colonne non exposée au rayonnement et dont le condenseur travaille fortement; on se trouve donc, à dépense égale de vapeur, dans des conditions relativement favorables pour les plateaux qui ne servent réellement pas à la rectification, défavorables dans les autres.

En d'autres termes, l'effet de la rectification est d'autant plus médiocre que le rayonnement ou le refroidissement externe est plus considérable.

Si l'on admettait encore, comme on le faisait autrefois, que les impuretés accompagnant l'alcool sont en nombre très limité, et d'autant plus faciles à séparer que leur point spécifique d'ébullition est plus éloigné en plus ou en moins du point d'ébullition de l'alcool concentré, les considérations exposées ci-dessus auraient peu d'importance.

Mais nous avons vu qu'il n'en est pas ainsi; la solubilité des corps volatils dans le liquide bouillant que contiennent les plateaux joue un rôle prépondérant et non la température d'ébullition de ces corps. Un exemple nous a montré

Digitized by Google

combien rapidement varie la solubilité de certains d'entre eux (p. 20).

Par suite, comme nous l'avons dit p. 26, il faut toujours tenir compte à la fois de la solubilité des corps et des proportions relatives de vapeurs et de liquides en contact avec eux : ce sont donc les valeurs successives du produit $\frac{V}{P}$ K qu'il faut envisager, et nous voyons que les deux facteurs croissent en même temps.

Ainsi nous trouvons, pour les deux exemples ci-dessus, les résultats contenus dans le tableau de la p. 121 en ce qui concerne l'alcool amylique.

Les valeurs successives du coefficient $\frac{V}{P}$ K croissent d'autant plus rapidement que Q est plus faible et l'alcool moins concentré ; par suite, les impuretés reconnues comme peu entraînables s'élèvent d'autant plus facilement dans les plateaux inférieurs de la colonne et la rendent d'autant moins efficace que le condenseur en est moins actif.

Si, au lieu d'envisager une impureté dont la solubilité dans l'alcool bouillant devient grande dès que l'alcool est concentré, nous avons en vue une impureté relativement peu soluble, c'est-à-dire pour laquelle la valeur de K, tout en restant voisine de l'unité lui est inférieure, nous voyons

Digitized by Google

Alcool dans le *n*1 Plateau	Q = 1400				Q = 1650			
	$\frac{V}{P}$ = 1,02	K = 0,23	$\frac{V}{P}$ K = 0,234		$\frac{V}{P}$ = 1,25	K = 0,30	$\frac{V}{P}$ K = 0,375	
96°	1,24	0,30	0,372		1,42	0,34	0,483	
90	1,29	0,34	0,439		1,47	0,54	0,794	
80	1,40	0,54	0,756		1,58	0,80	1,264	
70	1,44	0,80	1,152		1,67	1,20	2,004	
60	1,49	1,20	1,788		1,70	1,92	3,204	
50	1,55	1,92	2,976					
40								

Digitized by Google

que le produit $\frac{V}{P}$ K peut devenir inférieur ou supérieur à l'unité, pour une variation relativement faible de Q, et nous savons d'ailleurs que le nombre de plateaux chargés d'alcool fort est d'autant moindre que Q est plus faible ; par suite, nous reportant à notre relation générale (p. 24) nous constatons que, suivant la perte de chaleur subie au condenseur, telle impureté sera retenue ou échappera dès le début pour sôuiller tout l'alcool produit.

Nous venons de considérer un cas purement théorique et en déduire que la consommation de combustible nécessaire à la rectification doit être grande, mais aussi qu'elle doit être uniquement nécessitée par la condensation au-dessus de la colonne.

Mais la consommation de vapeur peut inutilement être exagérée si, par le fait de la construction, des entraînements mécaniques amènent indéfiniment avec la vapeur des gouttelettes du liquide contenu dans les compartiments inférieurs : c'est comme si on augmentait à la fois la valeur de V et celle de K en laissant P constant ; on conçoit que, dès lors, $\frac{V}{P}$ K augmente très rapidement ; comme, pour remédier à ces entraînements, on n'a pour ressource que d'aug-

Digitized by Google

menter la condensation, il est clair que la consommation de chaleur est d'autant plus grande que l'appareil se prête davantage aux entraînements mécaniques.

Comme, de plus, les appareils qui déterminent un fort entraînement mécanique ne permettent pas d'établir un grand nombre de compartiments, il se trouve que les seuls compartiments à peu près utiles sont relativement peu nombreux et que, par suite, l'épuration est très médiocre.

Nous arrivons donc à considérer comme mauvais les appareils dont le nombre de plateaux est faible, dont le rayonnement est considérable, et dont le dispositif intérieur permet un entraînement mécanique notable.

Par conséquent, les petits appareils à rectifier ne peuvent donner des produits comparables à ceux qui sont fournis par les appareils à grande production, toutes choses égales d'ailleurs. On peut toutefois les améliorer en les enveloppant de corps peu conducteurs pour supprimer l'influence du rayonnement.

Les appareils de laboratoire dont le fonctionnement repose sur un refroidissement par rayonnement, ou sur un refroidissement par un courant d'eau intérieur, sont sujets au même

Digitized by Google

insuccès et ne peuvent donner qu'un résultat médiocre au point de vue des séparations.

On ne peut attendre dans ce genre d'appareils de résultats à peu près bons que des dispositifs où le refroidissement est produit par de l'eau très chaude, de façon que presque toute la colonne soit à une température uniforme.

Quant aux rectificateurs où l'on se propose d'entretenir dans chaque zone des températures fixes, successivement décroissantes de zone en zone, on conçoit, d'après ce qui vient d'être dit, qu'ils sont peu convenables, puisque la seule partie efficace est celle qui se trouve à la plus basse température, correspondant à l'existence de l'alcool le plus concentré.

Digitized by Google

CHAPITRE X

—

LE CONDENSEUR

Nous avons jusqu'ici laissé de côté l'étude du condenseur, en le réduisant au rôle d'absorbeur de calories et, pour étudier la colonne de rectification, nous avons confondu avec le condenseur un ou plusieurs plateaux de la colonne afin de ne tenir compte que des pièces où les vapeurs sont en contact avec un liquide bouillant.

Il convient maintenant de serrer la question de plus près et d'étudier le condenseur pour lui-même.

Cet appareil est spécialement destiné à fournir des liquides riches en alcool qui redescendent ensuite dans la colonne de rectification, et déterminent dans celle-ci les échanges que nous avons étudiés dans les chapitres précédents.

Dans le condenseur, les vapeurs circulent au

Digitized by Google

contact de surfaces conductrices refroidies extérieurement, le plus souvent par un courant liquide, quelquefois par des gaz en mouvement.

Il y a une différence de température entre les deux faces du condenseur, pour qu'il y ait transmission de chaleur et, par suite, condensation. La température va en croissant du milieu du fluide ambiant à la couche mince qui touche la paroi métallique, de cette couche à la paroi métallique, de cette paroi au liquide condensé, enfin de celui-ci au courant de vapeurs. Il y aura donc toujours une différence de température entre le liquide condensé et la vapeur non condensée occupant une même section transversale du condenseur : cette différence pourra devenir assez petite pour être négligeable, mais elle existera toujours.

Il n'est donc pas rigoureux d'admettre avec Mœrcker qu'« un refroidissement qui, par exemple, élève la richesse des vapeurs de 64 à 68,8 % d'alcool en volume, a pour effet une condensation dont le produit renferme environ 15 % d'alcool en volume, c'est-à-dire la quantité correspondant à la production d'une vapeur renfermant $\frac{64 + 66,8}{2} = 65,4$ % d'alcool en volume (1). »

(1) MŒRCKER. — *Traité de la fabrication de l'alcool*, traduction française (1889), t. II, p. 324.

Digitized by Google

L'alcool condensé n'est pas forcément en équilibre de tension avec la masse totale des vapeurs, s'il y a une différence accusée de température entre le liquide et les vapeurs : il est encore plus faux qu'il soit en équilibre avec des vapeurs à un titre intermédiaire entre le taux initial et le taux final. Le tableau donné par Mœrcker pour la marche de la condensation est donc *a priori* erroné ; la pratique montre, du reste, qu'il est très loin de conduire à des résultats acceptables.

Du moment qu'il y a une différence de température sensible entre le liquide condensé et les vapeurs, la température de celles-ci ira en croissant de la paroi jusqu'à l'axe : il n'y aura donc équilibre nulle part, mais il s'établira un certain régime permanent.

Peu nous importe de connaître tous les états intermédiaires par lesquels passe la richesse de la vapeur, nous n'avons à considérer que les états finaux, c'est-à-dire la relation entre la richesse des vapeurs à l'entrée, celle des vapeurs à la sortie, et celle des produits condensés en fonction de la température de ces produits et de la quantité de calories absorbées.

Appelons comme précédemment :

A, le poids de liquide rentrant par unité de temps dans la colonne à rectifier ;

Digitized by Google

a, les taux $^0/_0$ en poids de l'alcool dans ce liquide ; t, sa température ;

B, le poids des vapeurs entrant par unité de temps dans le condenseur ; b, le taux $^0/_0$ en poids de l'alcool dans ces vapeurs ; σ, leur température ;

E, le poids de vapeurs échappant, par unité de temps, à l'action du condenseur ;

e, le taux $^0/_0$ en poids de l'alcool dans ces vapeurs ; θ, leur température. (Cette température θ est nettement définie, c'est la température d'ébullition du liquide qui donne sous la pression atmosphérique, des vapeurs au taux $^0/_0$ e d'alcool).

μ_b, λ_b, c_b, les chaleurs de mélange à o°, chaleur latente de vaporisation, chaleur spécifique de l'alcool au titre b.

μ_a, c_a, les chaleurs de mélange à o°, chaleur spécifique de l'alcool au titre a.

μ_e, λ_e, c_e, les chaleurs de mélange à o°, chaleur latente de vaporisatiou, chaleur spécifique de l'alcool au titre e.

C, le nombre de calories absorbées par le condenseur quand 1 kilogramme de vapeurs au titre e s'échappe du condenseur.

α, le rapport $\frac{A}{B}$.

Digitized by Google

Ecrivons que les vapeurs recueillies et les produits condensés représentent la totalité de l'alcool qui a pénétré à l'état de vapeurs dans le condenseur; écrivons aussi que la chaleur apportée par ces vapeurs est intégralement représentée par la chaleur contenue dans les produits condensés, par la chaleur enlevée par les vapeurs, et par la chaleur absorbée par le condenseur.

Nous obtenons les relations suivantes :

$$(1) \qquad B b = A a + E e$$

$$(2) \qquad \begin{cases} B\,(-\mu_b + \lambda_b + c_b\tau) = \\ = A\,(-\mu_a + c_a t) + E\,(C - \mu_e + \lambda_e + c_e\theta) \end{cases}$$

et, nous rappelant que :

$$A = \alpha B,$$

d'où

$$E = B\,(1 - \alpha);$$

nous en déduirons :

$$b = a\alpha + e\,(1 - \alpha)$$

$$(4) \qquad \begin{cases} -\mu_b + \lambda_b + c_b\tau = \alpha\,(-\mu_a + c_a t) + \\ + (1 - \alpha)\,(C - \mu_e + \lambda_e + c_e\theta) \end{cases}$$

d'où l'on tire :

$$(5) \qquad \frac{e - b}{e - a} = \frac{C - \mu_e + \lambda_e + c_e\theta - (-\mu_b + \lambda_b + c_b\tau)}{C - \mu_e + \lambda_e + c_e\theta - (-\mu_a + c_a t)} = \alpha$$

Digitized by Google

relation dans laquelle e et b étant données, il reste trois variables a, l et t. Il est vrai que la valeur de a n'est pas absolument une variable indépendante, dans les conditions de fonctionnement de l'appareil, car il faut qu'un régime permanent s'établisse et, par conséquent, on ne peut donner à a une valeur quelconque. Si a était plus faible que le taux d'alcool capable de fournir à l'ébullition une vapeur au titre b, le plateau supérieur de la colonne irait en s'appauvrissant et le régime se modifierait.

La valeur de a peut être supérieure à ce minimum, car si, d'une part, les reflux tendent, dans ce cas, à enrichir le plateau supérieur, on peut concevoir des cas (et ils se rencontrent dans certains appareils à fort degré) où le plateau suivant dégagera des vapeurs assez pauvres pour compenser cet enrichissement. Mais, quand on étudie le condenseur d'un appareil de rectification, on est lié implicitement par la condition de bon fonctionnement que le plus grand nombre possible de plateaux soit au maximum de concentration, on ne peut donc admettre l'hypothèse de a notablement supérieur à ce minimum.

Donc b étant donné, la valeur de a en découle presque rigoureusement ; a doit être le taux d'alcool dans le liquide qui donne à l'ébullition

Digitized by Google

des vapeurs au titre b, ou un taux fort un peu plus élevé.

La valeur de a ne peut être inférieure ou notamment supérieure à ce taux que lorsque l'appareil cesse de suivre un régime permanent, on n'y est pas encore arrivé.

Ceci posé, arrêtons-nous à quelques exemples :

Admettons que l'alcool coule à l'éprouvette à 96°,6 d'où $e = 94{,}75$, supposons que le dernier plateau de la colonne à rectifier soit à 96°,3 d'où $b = 94{,}55$, et que la température de l'alcool condensé soit 75°, et donnons-nous diverses valeurs de C, nous pourrons résoudre l'équation (5) par approximations successives, et déduire les valeurs de a et de α :

C = 100 ;	Degrés des produits condensés		95°,9 ;	$\alpha = 0{,}20$
C = 200 ;	//	//	96°,25 ;	$\alpha = 0{,}37$
C = 400 ;	//	//	96°,35 ;	$\alpha = 0{,}57$
C = 1000 ;	//	//	96°,45 ;	$\alpha = 0{,}74$

Or, nous avons vu que pour le bon fonctionnement de la colonne, il est nécessaire d'extraire du condenseur 1 260 calories, y compris les 289 calories représentant l'alcool allant à l'éprouvette, soit sensiblement 1 000 calories pour la chaleur enlevée par transmission.

Dans les conditions que nous étudions, il faut donc condenser les trois quarts de ce qui arrive

Digitized by Google

au condenseur et l'alcool condensé est un peu plus riche que l'alcool du dernier plateau. Par suite, dans les plateaux supérieurs de la colonne, il doit y avoir une chute de degré un peu plus rapide que celle prévue par le calcul ; c'est du reste ce qu'indique le tableau que nous avons donné.

Si l'on répétait le même calcul en donnant à t une valeur plus faible, on arriverait sensiblement aux mêmes résultats dès que la valeur de C deviendrait supérieure à 500.

Considérons maintenant ce qui ce passe à la fin d'une rectification, lorsque le degré commence à baisser dans la colonne, et supposons que le dernier plateau soit à 94° Gay-Lussac ; nous obtenons le tableau suivant :

C=100 ;	Degrés des produits condensés	88°,2 ;	α=0,27
C=200 ;	//	91°,75 ;	α=0,44
C=400 ;	//	93°,2 ;	α=0,62
C=1000 ;	//	93°,7 ;	α=0,81
C=1400	//	94°,3 ;	α=0,91

Ainsi, pour maintenir un régime permanent dans le haut de la colonne tout au moins, il faut dépasser de beaucoup la condensation nécessaire pendant la période de cœur, et condenser environ 85 % de l'alcool arrivant.

Si l'on se tient en dessous de ces limites, on

Digitized by Google

arrive encore à faire couler à l'éprouvette de l'alcool à fort degré, mais on n'obtient que ce résultat, la colonne s'appauvrit rapidement, et l'on ne se trouve plus dans les conditions requises pour retenir les impuretés dans la chaudière et les compartiments inférieurs de la colonne de rectification.

Il y a donc une différence très nette entre l'appareil à rectifier et l'appareil à fort degré au point de vue de la consommation de vapeur; ainsi s'expliquent les écarts constatés entre divers appareils, suivant que l'on se contente d'obtenir de l'alcool concentré ou que l'on se propose de préparer de l'alcool aussi pur que possible.

Dans les exemples précédents, nous avons considéré le cas où l'alcool est déjà tellement riche qu'il y a une différence faible entre sa teneur en alcool absolu et la teneur de ses vapeurs, et nous avons vu que pour une condensation faible, nous arrivons à obtenir de l'alcool condensé plus pauvre que l'alcool générateur.

Il convient de voir ce qui se passe lorsque cette différence est plus considérable.

Supposons que l'alcool échappant à la rectification titre 92°, et que l'alcool contenu dans l'étage supérieur de la colonne soit à 87°, et ad-

Digitized by Google

mettons toujours une température de 75° pour les liquides condensés :

C = 100 ; Degrés des produits condensés 85°,2 ; $\alpha = 0{,}25$
C = 200 ; // // 88°,7 ; $\alpha = 0{,}54$
C = 490 ; // // 89°,2 ; $\alpha = 0{,}62$

Ainsi, à mesure que le degré des vapeurs s'abaisse, il faut une condensation de plus en plus faible pour amener la richesse des reflux à dépasser la richesse du liquide générateur. Par suite, il ne peut s'établir entre le liquide générateur et les vapeurs recueillies une différence notable quel que soit le condenseur employé.

Voici, du reste, quelques exemples tirés d'expériences de l'auteur :

Température du bain	Alcool employé	Condensé		Vapeurs non condensées	
		centimètres cubes	degrés	centimètres cubes	degrés
73°,5	90°,1	227	92,23	46,4	92,92
76, 5	75, 6	94,9	86,2	100	88,3
//	70,	105	84,6	100	86,99
//	59, 8	111,6	81,7	100	85,1
//	26, 5	177	72,7	100	79,2
70	30	273	74,8	100	81
70,7		195	78	100	83,5

L'hypothèse de Mœrcker est donc absolument

Digitized by Google

à rejeter, et l'on ne peut se baser sur la table de Grœning pour prévoir le degré de la rétrogradation.

Les appareils basés sur le simple emploi d'un condenseur ne peuvent donc fournir d'alcool très concentré, c'est-à-dire atteignant 94-96°, qu'autant qu'on emploie déjà de l'alcool extrêmement concentré.

En d'autres termes, pour obtenir de l'alcool très concentré, il faut intercaler entre la source de vapeurs et le condenseur une série de compartiments où l'alcool condensé est reporté à l'ébullition.

Nous avons dit plus haut que le calcul indique une différence très faible, entre les effets du condenseur quelle que soit la température des reflux au moins dans les conditions admissibles de la pratique ; mais il faut bien tenir compte de ce que le condenseur n'est qu'un organe dans un ensemble de pièces, et ne doit pas troubler le jeu des autres.

Quelle que soit la température des reflux (entre 60 et 80°) le régime du dernier étage de la colonne est presque indépendant de cette température ; il n'en résulte pas que le régime de la colonne entière soit de même indifférent à ces variations de température.

Digitized by Google

Plus les liquides condensés seront froids, plus il faudra fournir de chaleur au dernier étage de la colonne pour que celui-ci alimente convenablement le condenseur; par suite, plus les sections inférieures devront être riches en eau, puisque c'est l'eau condensée qui fournit la plus grande somme de calories.

En conséquence, la richesse alcoolique des étages de la colonne sera d'autant moindre que les produits liquéfiés dans le condenseur seront plus froids, toutes choses égales d'ailleurs. Un refroidissement notable aura pour effet immédiat un léger accroissement de degré dû à un excès de condensation, mais suivi rapidement d'une diminution.

Cette conclusion se vérifie très bien. Dans un appareil monté dans le laboratoire de l'auteur, le condenseur consistait en un long tube d'étain de huit millimètres de diamètre intérieur, contourné en serpentin à spires très serrées et traversé intérieurement par un filet d'eau pénétrant à la partie inférieure. Les condensations formées sur la paroi de ce serpentin tombaient directement sur une garniture de billes occupant le haut de la colonne. Les condensations étaient donc toujours à basse température, et, la surface totale du serpentin étant faible malgré la lon-

Digitized by Google

gueur des tubes, la valeur de C était assez faible par rapport à la quantité d'alcool produit. On obtenait couramment de l'alcool de 88-89° G. L. Venait-on à augmenter la vitesse de circulation de l'eau dans le serpentin, le titre de l'alcool recueilli s'élevait un instant, mais bientôt il redevenait plus faible, et allait en s'abaissant bien que la condensation eut augmenté.

Le condenseur fut modifié, les vapeurs arrivaient dans une lentille aplatie et l'eau était à l'extérieur ; elle arrivait encore par le bas et s'échappait chaude en haut : il y eut amélioration, mais faible, et le thermomètre placé en haut de la colonne accusait des variations continuelles. L'augmentation de la condensation avait amélioré la marche dans une proportion très faible, parce qu'il était très pénible de tenir dans la partie supérieure de la colonne l'alcool à haut degré.

Un barbotage d'air fut établi dans l'eau du condenseur de façon à équilibrer partout la température. La marche de l'appareil se régularisa immédiatement et le degré de l'alcool recueilli s'éleva entre 92 et 93°.

On arrive donc à conclure que le condenseur doit être alimenté à l'eau chaude et à lui donner une très grande surface pour qu'il

Digitized by Google

soit suffisamment puissant, malgré le peu de différence existant entre la température de l'eau et celle de la vapeur d'alcool.

On fait ordinairement pénétrer dans le bas l'eau chaude provenant du réfrigérant, et arriver les vapeurs par le haut, de façon que les vapeurs rencontrent un liquide de moins en moins chaud, et se condensent plus aisément. De plus, le liquide condensé, coulant sur les parois dans le même sens que les vapeurs, tend à se mettre en équilibre avec elles, et, par suite, est plus riche que s'il s'écoulait en sens contraire; on arrive donc au début de l'opération à charger plus rapidement les plateaux d'alcool fort.

Dans nombre d'appareils allemands on opère autrement; l'appareil d'Heckmann est alimenté à l'eau froide, et est parcouru comme celui de Pampe de bas en haut par les vapeurs. Nous n'avons pas à revenir sur l'inconvénient qu'il y a à alimenter à l'eau froide de façon à renvoyer à la colonne des liquides condensés relativement froids. Quant au résultat espéré par Mœrcker, que l'enrichissement des vapeurs doit être plus grand, grâce au sens du mouvement, nous y avons suffisamment répondu plus haut.

Digitized by Google

CHAPITRE XI

—

RÉSUMÉ

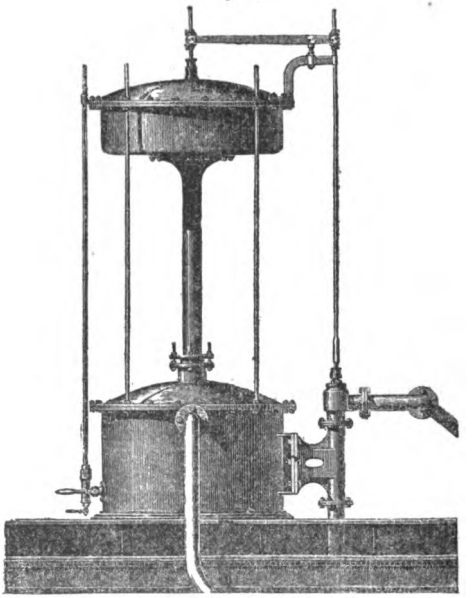
De tout ce qui vient d'être dit, il est facile de déduire les conclusions suivantes au point de vue du choix d'un rectificateur discontinu.

La chaudière doit être disposée de façon que le chauffage ne donne pas lieu à un grand entraînement mécanique ; il faut donc éviter tout barbotage et toute production de grosses bulles de vapeur ; un serpentin placé horizontalement au fond de la chaudière convient peu, il vaut mieux employer un serpentin en hélice, déterminant par une circulation rapide du liquide à chauffer une ébullition régulière sur les spires supérieures. Ce serpentin doit être calculé pour être suffisant lors des périodes qui demandent le plus grand apport de calories. Par suite, il se

Digitized by Google

trouve avoir une surface beaucoup trop grande pendant presque toute l'opération, et il convient d'adapter à l'appareil un bon régulateur de vapeur afin que les échanges qui s'opèrent

Fig. 12



dans la colonne à rectifier se fassent sans à-coups. La *fig.* 12 montre la disposition du régulateur Savalle d'où dérivent tous les autres ; elle ne demande aucune explication.

Digitized by Google

La bâche du régulateur condense forcément un peu d'alcool ; pour éviter toute perte, il est bon de renouveler son contenu en versant un peu d'eau dans la vasque supérieure avant que la chaudière soit épuisée d'alcool; c'est-à-dire un peu avant la fin de la période des bons goûts.

Naturellement, il est économique d'employer au chauffage les vapeurs disponibles, provenant de l'échappement des moteurs ; on dirigera ces vapeurs d'échappement dans un serpentin spécial ; on doit toutefois s'arranger de façon qu'elles ne soient pas en excès et que le régulateur de vapeur directe ait toujours à fonctionner.

Il est évident que, pour l'économie du charbon et l'hygiène de l'atelier, il convient de revêtir la chaudière d'une enveloppe isolante : on peut en effet compter qu'à la température extérieure de 18 à 20°, il passe par mètre carré et par heure une quantité de chaleur correspondant à la condensation de :

3kg,4	vapeur à travers une	chaudière en	fonte,
3, 9	//	//	tôle,
2, 8	//	//	cuivre.

le revêtement doit être fait de préférence en matériaux incombustibles.

Le tuyau qui ramène les rétrogradations de la colonne dans la chaudière, doit déboucher dans

Digitized by Google

la chambre à vapeur de celle-ci, de façon à faciliter la vaporisation de l'alcool impur sans ébullition, et à hâter l'épuisement du contenu de la chaudière : il est même bon, comme le montrent les marches comparées des rectificateurs n° 10 de Croisset et de Mazingarbes, de faire ruisseler les rétrogradations sur une large surface pour assurer leur épuisement d'alcool : un barbotage de vapeur à travers les rétrogradations est moins bon, car il facilite l'entraînement des impuretés peu volatiles.

La colonne doit être choisie des types permettant d'employer le plus grand nombre possible de plateaux, à condition que l'augmentation du nombre de plateaux ne cause pas un excès de pression dans la chaudière, et ne détermine pas des alternatives d'engorgements et de chutes brusques dans la colonne ; les plateaux doivent individuellement être disposés de façon que la vapeur alcoolique se mette le plus parfaitement possible en contact et en équilibre avec les liquides qu'elle rencontre, sans espaces perdus et sans déterminer d'entraînements mécaniques. Il convient donc de renoncer aux calottes petites et nombreuses dont le réglage initial est à peu près impossible et qui, une fois l'appareil en marche, se dérèglent très souvent ; il est également bon

Digitized by Google

de ne pas adopter les types à plateaux perforés qui ne permettent pas d'employer plus de 36 plateaux, déterminent beaucoup d'entraînement mécanique, et sont d'un réglage difficile ; de plus, les trous des plateaux s'agrandissent lentement et l'appareil une fois vieux devient hors d'usage. La disposition qui paraît la meilleure est celle des calottes rectangulaires longues et plus nombreuses. Leur forme donne une grande solidité aux plateaux ; par suite, la calotte une fois réglée ne se modifie pas et la vapeur continue à passer à travers le liquide sur toute la longueur de la calotte ; en outre, les barbotteurs rectangulaires constituent une série de barrages obligeant les liquides à circuler d'une façon très régulière au contact des vapeurs, toute la rétrogradation est donc bien utilisée. Le constructeur, d'autre part, doit prendre ses dispositions pour que les dimensions transversales soient telles que l'écoulement des rétrogradations se fasse sans différence de niveau, autrement toutes les calottes ne seraient pas utilisées et l'appareil serait défectueux. Avec un dispositif bien conçu, on peut multiplier les plateaux sans augmenter notablement la pression. Beaucoup d'appareils Savalle ont jusqu'à 50 plateaux.

Nous avons montré que le refroidissement de

Digitized by Google

la colonne par rayonnement exerce une influence très fâcheuse, et fait remarquer, à ce sujet, que plus un appareil est puissant, plus pur est l'alcool qu'il fournit, précisément parce que le rayonnement est loin de croître avec la puissance de production de l'appareil. On doit donc s'astreindre à éviter tous les courants d'air pouvant frapper la colonne à rectifier, et même dans les petits appareils, il serait bon de garnir la colonne à rectifier de substances isolantes.

Ainsi qu'il a été montré par l'étude du rectificateur n° 10 de Mazingarbes, lorsque la chaudière est disposée pour épuiser rapidement les rétrogradations, il ne reste plus trace d'alcool dans la chaudière et le bas de la colonne longtemps avant la fin de la période des bons goûts ; il est donc fort utile, quand on veut économiser du temps et du charbon, de procéder à ce moment à la vidange méthodique des plateaux ; on peut recueillir et séparer les bons goûts restants, les moyens, les mauvais goûts et les huiles sans souiller l'appareil.

L'emploi d'un condenseur auxiliaire permet de maintenir les huiles à un étage déterminé de l'appareil et d'en faire l'extraction en cours de marche.

Le fonctionnement du condenseur doit être tel

Digitized by Google

que, pendant la plus grande partie de l'opération, la colonne soit chargée d'alcool à très fort degré, et sans modification de richesse dans le plus grand nombre possible de plateaux. Nous avons donné des chiffres d'expériences montrant que c'est parfaitement réalisable. Le maintien de ce régime permanent détermine une consommation de calories très supérieure à celui qu'exige simplement la production d'alcool au degré observé à l'éprouvette. Pour la production d'alcool à 96°5, il faut compter dépenser environ 200 kilogrammes de vapeur par hectolitre d'alcool.

Vers la fin de l'opération, le maintien de régime permanent deviendrait onéreux, il vaut mieux épuiser ou vider la colonne. Dans le cas de l'épuisement, la consommation de vapeur s'élève à 278 kilogrammes environ par hectolitre d'alcool, mais cette période est fort courte et ne se reporte que sur 5 ou 6 $^{0}/_{0}$ de l'alcool total.

Digitized by Google

CHAPITRE XII

—

MONTAGE ET FONCTIONNEMENT DU RECTIFICATEUR DISCONTINU RECTANGULAIRE

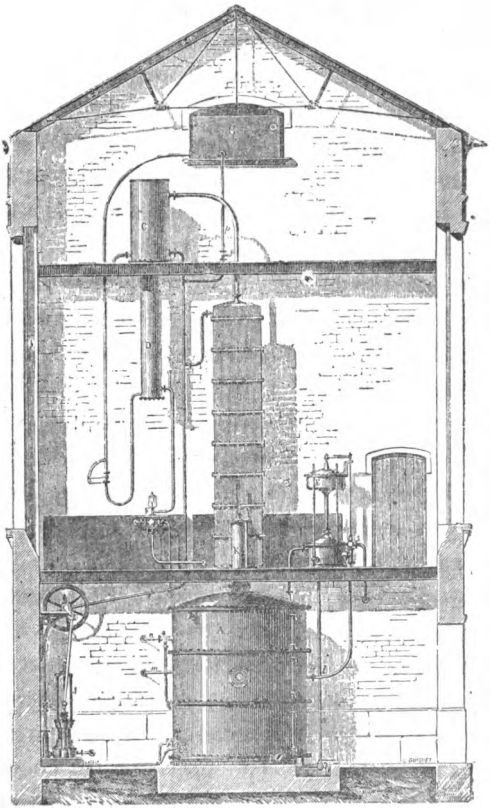
La chaudière du rectificateur porte généralement sur un plancher à claire-voie en fers à I espacés au maximum de $0^{m},46$: ce plancher est destiné à laisser l'air circuler sous le fond de la chaudière et à le mettre à l'abri de l'humidité.

Le montage de la colonne exige les plus grandes précautions ; on doit non seulement s'assurer que l'extérieur est bien vertical, au moyen de trois fils à plomb placés l'un au milieu d'une face et les autres aux angles de la face opposée ; il faut encore s'assurer que les barboteurs

Digitized by Google

sont parfaitement de niveau, ce que l'on vérifie

Fig. 12



en versant de l'eau dans les plateaux visibles

Digitized by Google

jusqu'à ce qu'elle affleure au bas des barboteurs ; elle doit les toucher partout, ce à quoi on arrive facilement par le serrage des boulons.

Tous les joints sont faits au minium et serrés à fond pour que la colonne ne puisse se dérégler.

L'appareil une fois monté, on vérifie l'étanchéité de la chaudière et des serpentins en remplissant la chaudière d'eau, puis on verse de l'eau dans le régulateur jusqu'au niveau de sa tubulure de communication avec la chaudière.

On procède ensuite à un premier nettoyage pour enlever les huiles des joints qui infecteraient l'alcool. Dans ce but, on met dans le compartiment supérieur de la colonne six ou huit kilogrammes de carbonate de soude et une vingtaine dans la chaudière, et l'on commence à chauffer en ouvrant la prise du régulateur de vapeur ; en même temps on remplit d'eau le condenseur et le réfrigérant.

Lorsque l'eau distillée arrive à l'éprouvette, on alimente doucement le réfrigérant et le condenseur, la rétrogradation entraîne lentement le carbonate de soude de plateau en plateau, et le lavage de la colonne s'opère. On continue généralement cette opération 12 heures, puis on arrête la vapeur, on vide le contenu de la chaudière, et, lorsque l'air est bien rentré dans

Digitized by Google

l'appareil, on rince la colonne pendant deux heures.

Pendant cette opération préliminaire, on vérifie si le régulateur fonctionne bien sans frottement ; il faut du reste que cet appareil ait été solidement assis et placé bien de niveau. La pression réelle accusée par le tube manométrique doit être de $1^{m},25$ environ.

L'appareil est dès lors prêt à fonctionner.

On charge la chaudière avec des flegmes de 40 à 45° Gay-Lussac qu'on a soigneusement saturés avec du carbonate de soude ; il faut avoir soin de ne pas remplir la chaudière au-dessus du dernier robinet de niveau d'eau pour permettre au liquide de se dilater par la chaleur.

On ouvre les robinets de purge des serpentins de chauffage, puis on commence à introduire de la vapeur.

Lorsque le contenu de la chaudière arrive à l'ébullition, on ferme à moitié le robinet de vapeur afin de purger sans soubresauts l'air contenu dans la colonne, et on ouvre en plein le robinet d'eau qui alimente le réfrigérant.

Les vapeurs alcooliques s'élèvent peu à peu dans la colonne et commencent par se condenser dans l'eau du plateau inférieur, jusqu'à ce qu'elles l'aient porté à l'ébullition. Comme la

Digitized by Google

température d'ébullition du mélange produit ne peut être supérieure à celle du liquide existant dans la chaudière, il en résulte que le dernier plateau prend au début le degré de la chaudière. Mais ses vapeurs, rencontrant la paroi froide du plateau immédiatement supérieur et les parois extérieures, se condensent partiellement avant de franchir le barboteur et enrichissent le liquide, de sorte que la température d'ébullition s'abaisse légèrement. Appliquant le même raisonnement au deuxième plateau, on voit qu'il sera un peu plus riche que le premier, et ainsi de suite jusqu'au dernier.

Les vapeurs arrivent finalement au condenseur. Comme celui-ci est à ce moment très largement refroidi, tout s'y condense et la colonne se charge successivement de haut en bas d'alcool concentré. D'après le tableau de la p. 42, le degré Gay-Lussac qui monte très rapidement dans les étages supérieurs, ne croît que lentement en bas. Par suite, les impuretés caractérisant les alcools de tête échappent facilement aux plateaux inférieurs, tandis que les impuretés caractéristiques des queues sont retenues avant d'arriver aux compartiments supérieurs. Si le nombre de plateaux est suffisant, il n'y en est jamais arrivé qu'une quantité minime au début de la rec-

Digitized by Google

tification, tandis que les impuretés de tête se seront concentrées dans un petit nombre de plateaux. Les impuretés caractéristiques des moyens gouts de tête occuperont naturellement un nombre de compartiments d'autant plus grand que leur solubilité dans l'alcool concentré sera plus grande.

Au fur et à mesure que l'opération avance, les rétrogradations provenant du condenseur augmentent, la résistance croît dans la colonne, et sa valeur est accusée par l'ascension de l'eau dans le tube manométrique du régulateur.

Peu à peu l'eau arrive dans la cuvette supérieure du régulateur, et bientôt après le flotteur est soulevé et la soupape fonctionne. On dit alors que les plateaux sont chargés ou garnis et l'on arrive à la vraie période de marche.

On diminue alors l'accès de l'eau au réfrigérant; le condenseur s'échauffe, la rétrogradation cesse d'être complète, et une partie des vapeurs arrivent au réfrigérant.

On tourne peu à peu la clef du robinet à cadran réglant l'arrivée de l'eau jusqu'à ce que le débit d'alcool mesuré à l'éprouvette-jauge se maintienne constant au chiffre annoncé, et l'on marque un cran de repère sur le cadran.

Les premières quantités recueillies sont d'une

Digitized by Google

odeur très forte ; elles sont chargées surtout d'aldéhyde acétique et d'éther acétique, et marquent environ 94° à l'alcoomètre Gay-Lussac. Un robinet spécial placé au bas d'une boule au-dessous de l'éprouvette-jauge permet de les envoyer à part dans un bac à mauvais goûts. Dans le plus grand nombre de cas, cette première phase dure 1 heure à $1^h,30$.

Peu à peu l'odeur piquante de ces produits diminue et l'on passe de la période des *mauvais goûts de tête* à celle des *mauvais goûts à retravailler*, puis à celle des *moyens goûts*. Les premiers sont mis de côté pour être rectifiés à part, et divisés en mauvais goûts et moyens goûts qui sont réunis à la seconde catégorie de moyens goûts. Celle-ci est jointe aux flegmes et travaillée avec eux : nous avons donné antérieurement la raison de cette pratique industrielle qui, à première vue, paraît vicieuse.

La période des moyens goûts de tête dure, suivant la qualité des flegmes et la sévérité du classement, de $6^h,30$ à $7^h,30$.

Vient enfin la période des alcools fins goûts, et alcools de cœur, qui dure environ 25 heures. Avec de bons flegmes, on peut compter que cette période produit de 72 à 80 % de l'alcool mis en œuvre, dont 60 % sont de l'alcool réellement pur.

Digitized by Google

Généralement cette période se termine quand le thermomètre placé sur la chaudière accuse entre 99 et 100°.

Nous avons montré que si l'on emploie des appareils de rectification bien construits, la chaudière est épuisée d'alcool avant la fin de cette période et qu'un grand nombre de plateaux du bas de la colonne sont déjà occupés par de l'eau.

Au-dessus est de l'eau alcoolisée faible sur laquelle surnagent des huiles, puis viennent des alcools mauvais goûts, ensuite les plateaux sont chargés d'alcool *moyen goût de queue*. Dans beaucoup de cas, on peut considérer comme limite de moyens goûts de queue le plateau chargé d'alcool à 94°.

Si l'appareil à rectifier est aménagé pour la vidange des plateaux, on a déjà atteint le moment où cette vidange doit s'opérer quand la chaudière est dépouillée d'alcool. Il n'y a plus qu'à ouvrir les vannes de vidange et à laisser couler le contenu des plateaux méthodiquement dans les réservoirs appropriés.

Si l'appareil est des types plus anciens, non munis de dispositifs de vidange, on continue l'opération en envoyant les *moyens de goûts de queue* successivement au bac de charge, puis au bac des alcools à retravailler, jusqu'à ce que les

Digitized by Google

huiles arrivent à l'éprouvette. Dès lors, il n'y a plus qu'à purger l'appareil, on diminue la rétrogradation pour éviter une dépense de vapeur inutile et on envoie les produits recueillis au bac à *huiles*. Souvent ce bac a des dimensions considérables, et on laisse décanter le liquide laiteux obtenu, les huiles montent et sont décantées, tandis que l'eau alcoolisée faible est reprise en fin de campagne.

La période des moyens et mauvais goûts de queue dure environ deux heures. Dans les appareils ordinaires traitant des flegmes, on arrête d'habitude dès que le liquide recueilli à l'éprouvette marque 0° depuis 10' minutes.

Quand on fait de la double rectification, on continue souvent la distillation pendant une heure pour éliminer les dernières traces de mauvais goûts de queue qui ont pu rester sur les parois du condenseur et surtout du réfrigérant.

On laisse ensuite refroidir la colonne, on vide la chaudière ; puis, quand l'air est rentré, on fait le nettoyage de l'appareil avec de l'eau chaude, provenant soit du condenseur, soit des serpentins, et l'on est prêt à recommencer.

Il est essentiel de nettoyer aussi les tubes du condenseur en y passant, après chaque opération, une brosse mécanique.

Digitized by Google

CHAPITRE XIII

—

RECTIFICATION CONTINUE

La rectification discontinue qui nous a occupés jusqu'ici, permet, nous l'avons vu, d'extraire, à l'état pur, d'un liquide fermenté, une très grande proportion de l'alcool qu'il contient, mais aux dépens de repassages de produits intermédiaires qui ne laissent pas d'être onéreux et obligent à employer des appareils beaucoup plus volumineux que si on n'avait pas à faire rentrer en travail les matières impures isolées à chaque opération.

On conçoit donc que de nombreux dispositifs aient été proposés pour obtenir d'une façon continue l'alcool rectifié et en extraire au fur et à mesure les parties étrangères.

En ce qui concerne les huiles et corps de

Digitized by Google

queue, l'opération est relativement facile si on ne prétend pas arriver à une pureté absolue.

Nous avons vu, en effet, que la plupart de ces corps sont facilement entraînables en présence d'alcool étendu, facilement retenus en solution par l'alcool concentré. Il en résulte, ainsi que nous l'avons déjà dit, que ces impuretés s'élèvent dans la colonne à rectifier jusqu'à un certain plateau où elles s'accumulent et présentent un maximum de concentration ; au-dessus de ce plateau leur concentration diminue rapidement si elles sont très solubles dans l'alcool plus concentré, lentement si elles le sont moins. Mais, si une source continue en fournit constamment à l'appareil, leur taux va en croissant avec le temps dans chaque plateau, la colonne s'en charge progressivement, et il se trouve un moment où, malgré le nombre des plateaux, il en arrive jusqu'en haut en quantité telle que les vapeurs allant au réfrigérant en contiennent une dose sensible d'abord, puis bientôt inacceptable. Vient-on, au contraire, à extraire des plateaux où la concentration est la plus grande, un volume de liquide telle que la quantité absolue d'impuretés enlevée soit au moins égale à la quantité introduite dans le même temps, on maintient les parties supérieures de la colonne dans un état constant, et

Digitized by Google

l'alcool arrivant à l'éprouvette ne subit aucune modification avec le temps. Cette extraction peut être continue ou discontinue, pourvu qu'elle soit sulfisante. On conçoit d'ailleurs qu'elle peut être relativement faible si l'on choisit bien le plateau où on l'opère, en se guidant sur la condition que l'on soit plutôt au-dessus qu'au-dessous de l'étage où la concentration est maxima.

Comme chaque impureté a son coefficient de solubilité spécifique et, par suite, comme le point de maximum de concentration est différent pour chacune d'elles, on doit faire l'extraction au point correspondant à l'impureté le plus longtemps entraînable. Dans nombre de cas, il semble que l'on doit choisir pour cette opération la zone où le liquide est capable de bouillir entre 80 et 81°, c'est à-dire, titre de 67 à 79° Gay-Lussac. S'il ne s'agissait que d'alcool amylique on ferait l'extraction un peu plus bas, là où l'alcool titre environ 50°. Au reste, nous savons qu'il y a peu de distance entre ces deux points.

Il est clair que la moindre variation de régime fera osciller cette zone de part et d'autre du point moyen prévu. Tout rectificateur continu doit donc avoir une marche absolument constante. On peut d'ailleurs régulariser la marche grâce à l'emploi d'un condenseur auxiliaire placé au-

Digitized by Google

dessus de la zone prévue comme nous l'avons expliqué à propos de l'extraction des huiles dans le rectificateur discontinu.

On arrivera ainsi à éviter l'envahissement de la colonne par les corps facilement solubles dans l'alcool concentré et bouillant, à condition d'extraire une quantité convenable d'alcool impur dans la zone dangereuse. Cette quantité doit être rectifiée à part dans un appareil discontinu à *mauvais goûts* pour en retirer, d'une part, de l'alcool traitable, d'autre part, des mauvais goûts ayant la concentration exigée pour les transactions commerciales. Il s'ensuit qu'elle n'est réellement économique que si l'on se borne à extraire les produits très solubles dans l'alcool bouillant, comme l'alcool amylique ; mais pour peu que la solubilité devienne notablement plus faible, l'extraction deviendrait trop considérable pour être économique, s'il existait des quantités un peu notables des corps à éliminer.

L'extraction des huiles ne peut donc donner de résultats rigoureusement satisfaisants que dans le cas où la quantité des corps de queue est faible et leur solubilité grande.

Ce procédé d'extraction est assez répandu.

Un des exemples fréquents qu'on en rencontre est présenté par les colonnes à fort degré alle-

Digitized by Google

mandes, dites *jumelles*, où les blanquettes sortant de la colonne à concentrer entraînent une notable proportion d'*huile de fusel*.

Une application analogue se trouve dans la colonne anglaise de Coffey.

Dans les rectificateurs continus, ce principe a été appliqué par Amand Savalle en avril 1857 : la même idée a été reprise avec plus de précision par M. Barbet.

En ce qui concerne les corps de têtes les plus caractéristiques, il n'y a plus de maximum de concentration dans un point intermédiaire de la colonne à rectifier ; mais nous avons vu, p. 29 que leur taux reste très faible dans presque toute la colonne pour ne croître rapidement que dans les derniers compartiments supérieurs. Si donc leur proportion est faible, on pourra considérer, sinon comme bon, mais au moins comme pratiquement acceptable aujourd'hui, l'alcool contenu dans les compartiments situés à 5 ou 6 étages au-dessous du haut de la colonne et alimenter le condenseur de façon telle que presque tout l'alcool reste dans la colonne, le restant allant à un réfrigérant à part pour y entraîner la presque totalité du corps de tête. Au 5e ou 6e compartiment est un robinet de prise par lequel on extrait l'alcool concentré et presque pur.

Digitized by Google

Ce principe est appliqué dans l'appareil Coffey à ammoniaque ou à alcool, et dans le rectificateur continu de M. Barbet, de deux façons un peu différentes. Dans l'appareil Coffey les cinq plateaux supérieurs ne contiennent pas de barboteurs, les produits, condensés à la surface de serpentins occupant l'espace libre entre les plateaux, coulent à la surface de ceux-ci, on obtient ainsi une vapeur plus sèche; dans l'appareil Barbet, il existe un condenseur spécial et il y a barbotage à tous les plateaux.

La même idée se retrouve d'une façon un peu différente dans le rectificateur continu de Dr Savalle (septembre 1883). Les matières alcooliques distillées dans une première colonne sont concentrées dans une seconde ; un condenseur placé au-dessus de celle-ci ne laisse échapper que la petite quantité d'alcool nécessaire pour entraîner les corps de tête, tout le reste sort à la base de la colonne de concentration, à peu près dépouillé des corps de tête.

Une deuxième opération analogue, faite dans un second appareil, élimine, au contraire, comme corps de tête, l'alcool pur, et l'on extrait les queues, qui sont enfin concentrées dans un dernier corps.

Dans tous les cas, on obtient ainsi un produit

Digitized by Google

très convenablement débarrassé pour certains besoins commerciaux des corps les plus entraînables, mais non un alcool pur, car la teneur en impuretés entraînables, croît dans chaque plateau avec la solubilité de l'impureté dans l'alcool concentré et bouillant, et par suite les impuretés relativement solubles, contenues dans les corps de tête, se retrouvent en partie dans l'alcool extrait, tandis qu'elles passent dans les moyens goûts de tête de la rectification discontinue. Il en est ainsi jusqu'aux corps dont la solubilité quoique légèrement supérieure à l'unité est telle que dans les conditions de fonctionnement ils traversent tous les plateaux comme s'ils n'existaient pas.

Il existe un autre moyen pour éliminer les corps de tête, ce moyen déjà indiqué en 1857 par Amand Savalle, a été repris bien des fois et forme la base de l'épurateur continu et du pasteurisateur de M. Barbet et de M. Savary.

Le principe est le suivant :

On introduit dans une colonne à distiller ordinaire, munie ou non de plateaux de rectification, un courant continu d'alcool préalablement porté à sa température d'ébullition ; et en bas, on détermine une ébullition légère, la vapeur alcoolique produite traverse tous les étages en en renouvelant l'atmosphère, et par conséquent en-

Digitized by Google

traîne une partie des impuretés volatiles, comme la vapeur d'eau entraînerait de l'alcool ; on peut donc avec une dépense faible de vapeur améliorer très notablement la nature des flegmes avant de les envoyer au rectificateur.

Pour nous rendre compte de l'efficacité de ce procédé, il est bon de le soumettre au calcul, comme nous avons fait pour l'étude de la colonne à rectifier.

Appelons A, le poids de liquide introduit par unité de temps dans le haut de la colonne et S, le taux $^0/_0$ d'une impureté déterminée dans ce liquide, l'équation donnant l'état d'un plateau est évidemment l'équation (3) de la p. 23 où l'on remplace $-E\Sigma$ par $AS - E\Sigma$.

Dans les conditions que nous avons indiquées, la valeur de K reste constante puisque, jusqu'au dernier plateau, l'alcool ne change pour ainsi dire ni de température ni de condensation, il en est de même de la valeur de V. P est partout égal à A. Prenons donc $E = A\alpha$, $\frac{V}{P} = \beta$, notre équation devient :

$$(1) \quad S_0 = (S - \beta\Sigma)\frac{K^n\beta^n - 1}{K\beta - 1} + s_n K^n \beta^n ;$$

d'autre part, l'on a évidemment $S_0 = \frac{\Sigma}{K}$.

Digitized by Google

Enfin, prenons la relation évidente que, une fois le régime permanent établi, la totalité des impuretés introduites dans l'unité de temps doit se retrouver dans l'alcool vaporisé et dans l'alcool sortant du dernier plateau du bas :

$$S = \beta\Sigma + (1 - \beta)\, s_n. \tag{2}$$

Nous arrivons facilement à la relation :

$$s_n = \frac{K\beta - 1}{K^{n+1}\beta^{n+2}(K - 1) - (1 - \beta)}\, S \tag{3}$$

et

$$\Sigma = \frac{S}{\beta} - \frac{1 - \beta}{\beta}\, s_n.$$

Ainsi la limite pour laquelle cette distillation fractionnée est sans influence sur la pureté du produit correspond à la valeur $K = 1$, tandis que dans la rectification continue ou discontinue cette limite correspond à une valeur moindre.

En d'autres termes, si l'alcool est envoyé concentré à la colonne de distillation partielle (pasteurisation), on ne peut enlever dans cette opération la partie des corps de tête, précisément la plus difficile à éliminer dans la rectification, on n'extrait que les petites quantités de corps de tête plus faciles à extraire qui existaient dans le plateau où s'est faite l'extraction.

Digitized by Google

La distillation partielle doit donc se faire avant concentration, de façon à être opérée sur des mélanges où la solubilité des impuretés est moindre ; mais si l'on superpose à la colonne à distiller une colonne à fort degré, on perd une partie de l'avantage cherché.

Pour fixer les idées sur la valeur de ce procédé, supposons une colonne à distillation partielle possédant 20 plateaux, et étudions les variations des valeurs de $\frac{s_n}{S}$ et de $\frac{\Sigma}{S}$ en fonction de β et de K.

Ces variations, qui sont indiquées dans les deux tableaux de la page suivante, montrent bien que la pasteurisation est absolument insuffisante pour purifier l'alcool concentré.

En ce qui concerne la dépense de chaleur dans la rectification continue, le calcul théorique que nous avons établi à propos de la rectification discontinue s'applique absolument, d'autant que l'établissement d'un régime permanent est plus nécessaire encore dans le cas qui nous occupe. Nous devons donc admettre *a priori* que la rectification continue seule absorbera un minimum de 200 kilogrammes de vapeur à 165° par hectolitre d'alcool absolu.

D'après M. Barbet, il faut compter sur une

Digitized by Google

consommation de 200 à 250 kilogrammes de vapeur.

Il convient de joindre à cela la dépense des

Valeurs de K	$\beta = 0,1$		$\beta = 0,25$	
	$\frac{s_n}{S}$	$\frac{\Sigma}{S}$	$\frac{s_n}{S}$	$\frac{\Sigma}{S}$
$K = 10$	0	10	0	10
$K = 5$	0.55	5.05	0,0007	3,997
$K = 2$	0,89	1,99	0,66	2,02
$K = 1$	1	1	1	1
$K = 0,5$	1,05	0,55	1,16	0,52
$K = 0.2$	1,09	0,19	1,26	0,22

Valeurs de K	$\beta = 0,5$		$\beta = 0,75$	
	$\frac{s_n}{S}$	$\frac{\Sigma}{S}$	$\frac{s_n}{S}$	$\frac{\Sigma}{S}$
$K = 10$	0	10	0	10
$K = 5$	$\frac{1}{454 \times 10^7}$	10	$\frac{1}{2 \times 10^{13}}$	10
$K = 2$	0,09	1.91	$\frac{1}{7655}$	1,32
$K = 1$	1	1	1	1
$K = 0,5$	1,5	0,50	2,5	0,50
$K = 0,2$	1,8	0,20	3,4	0,20

épurateurs employés avant et après rectification au sujet desquels on ne paraît pas très fixé.

Digitized by Google

Digitized by Google

TABLE DES MATIÈRES

—

		Pages
Avant-propos		5
Chap. I.	*Généralités. Distillation et rectification*	7
Chap. II.	*Comment rectifie-t-on? Difficultés de la rectification.*	12
Chap. III.	*Théorie de la rectification.* . . .	18
Chap. IV.	*La rectification discontinue* . . .	34
Chap. V.	*Améliorations apportées au rectificateur discontinu.*	49
Chap. VI.	*Des pertes dans la rectification discontinue.*	66
Chap. VII.	*Dépenses de chaleur dans la rectification discontinue. Dépense pour la concentration et pour la rectification*	82
Chap. VIII.	*Etat des plateaux d'un rectificateur. Dépenses aux différentes phases de la rectification.*	97
Chap. IX.	*Relation entre les quantités de liquide et les quantités de vapeur qui traversent un compartiment de rectificateur*	116

Digitized by Google

Pages

CHAP. X. *Le condenseur* 125
CHAP. XI. *Résumé des chapitres précédents* . 139
CHAP. XII. *Montage et fonctionnement du rectificateur discontinu rectangulaire* 146
CHAP. XIII. *Rectification continue* 155

ST-AMAND (CHER), IMPRIMERIE DESTENAY, BUSSIÈRE FRÈRES

Digitized by Google

MASSON ET Cie, ÉDITEURS
LIBRAIRES DE L'ACADÉMIE DE MÉDECINE
120, BOULEVARD SAINT-GERMAIN, PARIS

762. L. H. D. (Avril 1914)

La Nouvelle Pratique Médico-Chirurgicale Illustrée

DIRECTEURS :
E. BRISSAUD, A. PINARD, P. RECLUS
Professeurs à la Faculté de Médecine de Paris
Secrétaire général : **HENRY MEIGE**

Vient de paraître :

PREMIER SUPPLÉMENT (1911-1912), publié par **A. COUVELAIRE, Henry MEIGE** et **Ch. LENORMANT**

1 vol. grand in-8° de 1.880 pages, avec nombreuses figures dans le texte, relié maroquin rouge **30** fr.

Ce **SUPPLÉMENT** se vend aussi relié en deux volumes : **35** fr.

Prix de l'ouvrage complet, **9 VOLUMES** grand in-8°, **reliés maroquin, tête dorée, fers spéciaux**, 9.880 *pages*, 2.893 *figures*, 75 *planches*, avec le Supplément relié en un seul volume **206** fr.
Avec le Supplément en deux volumes : **211** fr.

Formulaire Thérapeutique

PAR MM.

G. LYON
Ancien chef de clinique à la Faculté.

P. LOISEAU
Ancien prépr à l'Ecole de Pharmacie.

AVEC LA COLLABORATION DE MM. L. DELHERM ET PAUL-ÉMILE LÉVY

9e *édition*. 1 *vol. in*-18 (*papier très mince*), *relié maroquin souple*. **7** fr.

(1) *La librairie envoie gratuitement et franco de port les catalogues suivants à toutes les personnes qui en font la demande* : — **Catalogue général avec table générale analytique. — Catalogue des ouvrages d'enseignement.**
Les commandes de plus de **5 francs** *sont expédiées* **franco** *au prix du Catalogue. Les commandes de 5 francs et au-dessous sont augmentées de* **10 0/0** *pour le port.* **Tout ordre doit être accompagné de son montant.**

Digitized by Google

MASSON ET Cie, ÉDITEURS

Vient de paraître :

Guide Pratique du Médecin
dans les
Accidents du Travail

PAR

E. FORGUE
Professeur de clinique chirurgicale à la Faculté de Montpellier

E. JEANBRAU
Professeur agrégé à la Faculté de Médecine de Montpellier

TROISIÈME ÉDITION, augmentée et mise au courant

1 *vol. in*-8° *de* 684 *pages avec figures, relié*. **9** fr.

Guide pour
l'Évaluation des Incapacités
dans les Accidents du Travail

PAR

L. IMBERT
Agrégé des Facultés, Professeur à l'École de Médecine de Marseille

C. ODDO
Professeur à l'École de Médecine de Marseille

P. CHAVERNAC
Ancien aide de clinique ophtalmologique à la Faculté de Montpellier.

1 *vol. in*-8° *de* 946 *pages, avec figures, cartonné toile*. **12** fr.

Traité de Technique Opératoire

PAR

Ch. MONOD
Agrégé de la Faculté de Paris.

J. VANVERTS
Chirurgien des Hôpitaux de Lille.

2 *vol. grand in*-18 *formant* 2016 *pages* (2337 *figures*), 2e *édition* **40** fr.

Traité de Gynécologie
Clinique et Opératoire

Par Samuel POZZI
Professeur de Clinique à la Faculté de Paris, Membre de l'Académie de Médecine.

Quatrième édition refondue avec la collaboration de **F. JAYLE**

2 *vol. gr. in*-8° *de* XVI-1500 *pages avec* 894 *fig., reliés toile*. . . **40** fr.

Digitized by Google

RÉCENTES PUBLICATIONS

Vient de paraître :

Septième édition, revue et augmentée

Traité de Chirurgie d'urgence

Par Félix LEJARS

Professeur à la Faculté de Médecine de Paris.
Chirurgien de l'Hôpital Saint-Antoine.

1 vol. gr. in-8°, 1170 pages, 1086 figures, dont 729 dessinées par le Dr DALEINE et A. LEUBA et 198 photographies originales, 20 planches. Relié. . . **30** fr.
Se vend aussi relié en deux volumes **35** fr.

Abrégé d'Anatomie

PAR

P. POIRIER
Professeur à la Faculté de Paris.

B. CUNÉO
Professeur agrégé à la Faculté de Paris.

A. CHARPY
Professeur à la Faculté de Toulouse.

3 *vol. in-8°, 1620 pages, 976 figures noir et couleurs, reliés toile.* **50** fr.

Technique Chirurgicale Infantile

(*Indications opératoires, Opérations courantes*)

Par le Dr L. OMBRÉDANNE

Professeur agrégé à la Faculté de médecine de Paris.

1 *vol. grand in-8°, de 342 pages, avec 210 fig. dans le texte* . . . **7** fr.

Précis d'Obstétrique

PAR MM.

A. RIBEMONT-DESSAIGNES
Professeur à la Faculté de Médecine
Accoucheurs des hôpitaux

G. LEPAGE
Professeur agrégé à la Faculté

Sixième édition. Avec 568 fig., dont 400 dessinées par M. RIBEMONT-DESSAIGNES
1 *vol. grand in-8° de 1420 pages, relié toile* **30** fr.

Digitized by Google

MASSON ET Cie, ÉDITEURS

Vient de paraître :

Clinique et Thérapeutique circulatoires

Par le Dr **Alfred MARTINET**

1 *vol. in*-8, *de* XXIV-592 *pages, avec* 222 *figures dans le texte* . **12** fr.

Vient de paraître :

Inspection, Palpation Percussion, Auscultation

LEUR PRATIQUE EN CLINIQUE MÉDICALE

106 figures expliquées et commentées

Par M. **LETULLE**

Professeur à la Faculté de Médecine de Paris,
Membre de l'Académie de Médecine.

1 *vol. petit in*-8° *de* VIII-264 *pages*. **3** fr.

Vient de paraître :

Les Bronchites Chroniques

Leur Traitement

PAR

Antoine FLORAND
Médecin de l'Hôpital Lariboisière.

Henri FLURIN
Médecin des Eaux de Cauterets.

Max FRANÇOIS
Assistant de consultation à l'Hôpital Saint-Antoine.

1 *vol. in*-8° *de* VIII-351 *pages* **4** fr.

Vient de paraître :

La Lèpre

A travers les Siècles et les Contrées

PAR LE

Dr Démetrius Al. ZAMBACO PACHA

Correspondant de l'Institut de France,

1 *vol. grand in*-8°, *de* XII-845 *pages* **12** fr.

Digitized by Google

RÉCENTES PUBLICATIONS

Éléments d'Anatomie et Physiologie Médicales

PUBLIÉS PAR

L. LANDOUZY
Professeur de la Clinique Laënnec,
Doyen de la Faculté de Médecine de Paris,
Membre de l'Institut

Léon BERNARD
Agrégé à la Faculté
de Médecine de l'Université de Paris,
Médecin de l'Hôpital Laënnec.

AVEC LA COLLABORATION DE MM.

Léon BERNARD, GOUGEROT, HALBRON, S. I. DE JONG, LAEDERICH, LORTAT-JACOB, SALOMON, SÉZARY, VITRY.

1 vol. 765 pages, 336 figures noir et couleurs, 6 planches, relié. **20** fr.

Nouveau Traité de Pathologie Générale

PUBLIÉ PAR

CH. BOUCHARD
Prof. honor. à la Faculté de Médecine,
Membre de l'Académie des Sciences
et de l'Académie de Médecine.

G.-H. ROGER
Professeur à la Faculté de Médecine
Membre de l'Académie de Médecine
Médecin de l'Hôtel-Dieu.

TOME I. — Rédigé par MM. ACHARD, BERGONIÉ, CADIOT, P. COURMONT, IMBERT, LANGLOIS, LE GENDRE, LEJARS, LE NOIR, MATHIAS DUVAL ET MULON, NOGIER, ROGER, VUILLEMIN.

1 vol. gr. in-8 de 909 pages avec 56 fig. dans le texte, relié toile. **22** fr.

*L'***Ouvrage** *sera publié en* **quatre volumes.** *Jusqu'à la publication du tome II,* **on peut souscrire à l'ouvrage complet** *au prix de* **88** fr.

Manuel de Pathologie interne

Par Georges DIEULAFOY
Professeur de Clinique médicale à la Faculté de médecine de Paris
Membre de l'Académie de médecine

Seizième édition entièrement refondue

4 vol. in-16 diamant, cartonnés à l'anglaise **32** fr.

Digitized by Google

MASSON ET Cie, ÉDITEURS

Vient de paraître :

Leçons sur la Lithiase biliaire

PAR

A. CHAUFFARD

Professeur de Clinique médicale à la Faculté de Paris

1 *vol. gr. in-8° de 243 p., avec 20 planches hors texte, relié toile* **9 fr.**

Vient de paraître :

Conférences Pratiques

SUR

L'Alimentation des Nourrissons

par le Dr NOBÉCOURT

Professeur agrégé de la Faculté de Paris, Médecin des Hôpitaux

Avec une préface du Pr HUTINEL

DEUXIÈME ÉDITION

1 *volume in-8° de 250 pages, avec figures dans le texte.* **5 fr.**

Traité des Maladies du Nourrisson

Par le Docteur A. LESAGE

Médecin des Hôpitaux de Paris

1 *volume in-8° de* VI-736 *pages, avec 68 figures dans le texte.* **10 fr.**

Cent soixante Consultations médicales pour les Maladies des Enfants par le Dr **J. COMBY**, Médecin de l'Hôpital des Enfants-Malades, 3e *édition*, 1 *vol. in-16 de* IV-314 *pages, cart. toile.* **3 fr. 50**

Digitized by Google

COLLECTION DE MANUELS MÉDICAUX

PUBLIÉE SOUS LA DIRECTION DE MM.

G.-M. DEBOVE
Doyen honoraire de la Faculté de Médecine de Paris
Membre de l'Académie de Médecine.

Ch. ACHARD
Professeur de Pathologie générale à la Faculté
Médecin des Hôpitaux.

J. CASTAIGNE
Professeur agrégé à la Faculté
Médecin des Hôpitaux.

Manuel des Maladies de la Nutrition (et Intoxications)

PAR MM.

L. BABONNEIX, J. CASTAIGNE, A. GY et F. RATHERY

1 *volume de* 1082 *pages, avec* 119 *figures dans le texte.* . . . **20** fr.

Manuel des Maladies du Foie et des Voies Biliaires

Par J. CASTAIGNE et M. CHIRAY

1 *vol. de* 884 *pages, avec* 300 *fig. dans le texte.*. **20** fr.

Manuel des Maladies du Tube Digestif

TOME I : Bouche, Pharynx, Œsophage, Estomac,
par MM. G. PAISSEAU, F. RATHERY, J.-Ch. ROUX.

1 *vol. gr. in-8° de* 725 *pages, avec figures dans le texte* . . . **14** fr.

TOME II : Intestin, Péritoine, Glandes salivaires, Pancréas, par MM. M. LŒPER, Ch. ESMONET, X. GOURAUD, L.-G. SIMON L. BOIDIN et F. RATHERY.

1 *vol. gr. in-8° de* VIII-808 *pages, avec* 116 *figures dans le texte.* **14** fr.

Digitized by Google

MASSON ET Cie, ÉDITEURS

COLLECTION DE PRÉCIS MÉDICAUX

(VOLUMES IN-8°, CARTONNÉS TOILE ANGLAISE SOUPLE)

Hygiène, par J. **COURMONT**, professeur à la Faculté de Médecine de Lyon, avec la collaboration de MM. **LESIEUR** et **ROCHAIX** (277 *figures*). **12** fr.

Introduction à l'étude de la Médecine, par **H. ROGER,** professeur à la Faculté de Médecine de Paris. 5e *édit.* **10** fr.

Microscopie, *Technique, expérimentation, diagnostic,* par M. **LANGERON,** préparateur à la Faculté de Paris; Préface du Pr **R. Blanchard** (270 *figures*). **10** fr.

Anatomie Pathologique, par M. **LETULLE,** professeur à la Faculté de Paris, et **L. NATTAN-LARRIER,** ancien chef de Laboratoire à la Faculté.
Tome I. *Histologie générale; Appareils circulatoire, respiratoire; Plèvre; Médiastin,* avec 248 *figures originales* **16** fr.
Tome II et dernier *en préparation.*

Anatomie et Dissection, par **H. ROUVIÈRE,** professeur agrégé à la Faculté de Paris. — TOME I. — **Tête, Cou, Membre supérieur** (197 *fig., presque toutes en couleurs*) **12** fr.
TOME II. — **Thorax, Abdomen, Bassin, Membre inf.** (259 *fig.*) **12** fr.

Dissection, par le Pr **P. POIRIER** et **A. BAUMGARTNER,** ancien prosecteur, 2e *édition* (241 *figures*). **8** fr.

Physique biologique, par **G. WEISS,** professeur à la Faculté de Paris. 3e *édition* (570 *fig.*) **7** fr.

Physiologie, par **Maurice ARTHUS,** professeur à l'Université de Lausanne. 4e *édition* (320 *figures*) . . **12** fr.

Chimie Physiologique, par **M. ARTHUS,** prof. à l'Un. de Lausanne. 7e *édition.* **7** fr.

Examens de Laboratoire *employés en clinique,* par **L. BARD,** professeur à l'Université de Genève, avec la collaboration de MM. **G. MALLET** et **H. HUMBERT.** 2e *édition* (162 *figures en noir et en couleurs*). **10** fr.

Diagnostic médical et Exploration clinique, par **P. SPILLMANN** et **P. HAUSHALTER,** professeurs, et **L. SPILLMANN,** professeur agrégé à la Faculté de Nancy, 2e *édition entièrement revue* (181 *figures*) **8** fr.

Digitized by Google

COLLECTION DE PRÉCIS MÉDICAUX

Médecine infantile, par **P. NOBÉCOURT**, agrégé à la Faculté de Paris. 2e *édit.* (*136 fig. et 2 planches hors texte en couleurs*) **14** fr.

Chirurgie infantile, par **KIRMISSON**, professeur à la Faculté de Paris, 2e *édit.* (*475 fig.*). **12** fr.

Médecine légale, par **LACASSAGNE**, Pr à l'Université de Lyon, 2e *édition* (*112 fig. et 2 pl.*) **10** fr.

Ophtalmologie, par **V. MORAX**, ophtalmologiste de l'Hôpital Lariboisière. 2e *éd.* (*427 fig., 4 planches*). **14** fr.

Parasitologie, par **E. BRUMPT**, professeur agrégé à la Faculté de Médecine de Paris. 2e *édition* (*698 figures, 4 planches en couleurs*) **14** fr.

Pathologie exotique, par **E. JEANSELME**, agrégé à la Faculté de Paris, et **E. RIST**, médecin des hôpitaux (*160 figures et 2 planches*) **12** fr.

Précis de Pathologie Chirurgicale

TOME I. — **Pathologie chirurgicale générale, Maladies des Tissus, Crâne et Rachis,** par **P. LECÈNE, R. PROUST, L. TIXIER,** Agrégés aux Facultés de Paris et de Lyon (*349 figures*). **10** fr.

TOME II. — **Tête, Cou, Thorax,** par **H. BOURGEOIS**, Médecin des Hôpitaux de Paris, et **LENORMANT**, Agrégé à la Faculté de Paris. (*312 figures*) **10** fr.

TOME III. — **Glandes mammaires, abdomen,** par **P. DUVAL, A. GOSSET, LECÈNE, LENORMANT**, Agrégés à la Faculté de Paris (*352 fig.*) **10** fr.

TOME IV. — **Organes génito-urinaires, Fractures et Luxations, Affections des membres,** par **P. BÉGOUIN**, professeur à la Faculté de Bordeaux, **E. JEANBRAU, R. PROUST, L. TIXIER,** Agrégés aux Facultés de Montpellier, Paris et Lyon (429 *figures*) . . . **10** fr.

Nouvelles éditions sous presse :

Dermatologie, par **J. DARIER**

Thérapeutique et Pharmacologie, par **A. RICHAUD**

Microbiologie clinique, par **F. BEZANÇON**

Biochimie, par **E. LAMBLING**

Digitized by Google

MASSON ET Cie, ÉDITEURS

Vient de paraître

Les Techniques Anatomo-pathologiques du Système nerveux

ANATOMIE MACROSCOPIQUE ET HISTOLOGIQUE

PAR

Gustave ROUSSY
Professeur agrégé,
Chef des travaux d'anatomie pathologique à la Faculté de Paris.

Jean LHERMITTE
Ancien chef de laboratoire à la Faculté de Médecine de Paris.

1 *vol. in*-16 *de* 255 *pages, cartonné toile*. **5 fr**

La Pratique Neurologique

PUBLIÉE SOUS LA DIRECTION DE

PIERRE MARIE

Professeur à la Faculté de Médecine de Paris, Médecin de la Salpêtrière.

PAR MM.

O. CROUZON, G. DELAMARE, E. DESNOS, G. GUILLAIN, E. HUET, LANNOIS, A. LÉRI, F. MOUTIER. POULARD, ROUSSY

1 *vol. gr. in-8°, de* 1408 *p., avec* 303 *fig. Relié toile*. **30 fr**

Les Manifestations Fonctionnelles des Psychonévroses

Leur Traitement par la Psychothérapie, par **J. DEJERINE**, professeur de Clinique à la Faculté de Paris, médecin de la Salpêtrière, et **E. GAUCKLER**, ancien interne des Hôpitaux de Paris. 1 *vol. in-8° de* 561 *pages* **8 fr**

Les Psychonévroses

et leur traitement moral, leçons faites à l'Université de Berne par le Pr **DUBOIS**, avec préface du Pr **DEJERINE**. 3e *édition*. 1 *vol. in-8° de* 560 *pages*. **8 fr**

Digitized by Google

RÉCENTES PUBLICATIONS

Traité Médico-Chirurgical DES Maladies de l'Estomac et de l'Œsophage

PAR

A. MATHIEU
Médecin de l'Hôpital St-Antoine.

L. SENCERT
Professeur agrégé à la Faculté de Nancy.

TH. TUFFIER
Professeur agrégé à la Faculté de Paris

AVEC LA COLLABORATION DE

J. CH. ROUX
Ancien interne des Hôpitaux de Paris.

ROUX-BERGER
Prosecteur à l'Amphithéâtre des Hôpitaux.

F. MOUTIER
Ancien interne des Hôpitaux de Paris.

1 *vol. gr. in-8° de* 934 *pages, avec* 300 *figures dans le texte.* **20** fr.

Notions pratiques d'Electricité

à l'usage des Médecins

Avec renseignements spéciaux pour les Oto-Rhino-Laryngologistes

Par M. LERMOYEZ
Membre de l'Académie de Médecine, Médecin des Hôpitaux de Paris.

1 *vol. gr. in-8 de* 863 *pages avec* 426 *fig., relié toile* **20** fr.

Précis de Radiodiagnostic

Par le Dr JAUGEAS
Assistant de radiographie à l'hôpital Saint-Antoine,
Chef du Laboratoire de radiologie du Dr Béclère.

PRÉFACE DU Dr BÉCLÈRE, MEMBRE DE L'ACADÉMIE DE MÉDECINE

1 *vol. in-8 de* 437 *pages,* 214 *figures,* 48 *planches, relié toile.* **16** fr.

Digitized by Google

MASSON ET Cie, ÉDITEURS

BIBLIOTHÈQUE DE THÉRAPEUTIQUE CLINIQU

à l'usage des Médecins praticiens.

Thérapeutique usuelle des Maladies de la Nutrition,

par les Drs **PAUL LE GENDRE** et **ALFRED MARTINET**. 1 *vol. in-8° de* 429 *p. avec fig.* **5** fr.

Thérapeutique usuelle des Maladies de l'Appareil Respiratoire,

par le Dr **A. MARTINET** 1 *vol. in-8° de* IV-295 *pages, avec* 36 *fig.* **3** fr. **50**

Les Régimes usuels,

par les Drs **P. LE GENDRE** et **A. MARTINET**. 1 *vol. in-8° de* IV-43[illegible] *pages* **5** fr.

Les Aliments usuels,

Composition — Préparation, par le Dr **A. MARTINET**, 2e *édition entièrement revue.* 1 *vol. in-8° de* VIII-352 *pages avec fig.* **4** fr.

Les Médicaments usuels,

par le Dr **A. MARTINET**, 4e *édition, revue et augmentée.* 1 *vol. in-8° de* 609 *pages* **6** fr.

Les Agents Physiques usuels,

Climatothérapie — Hydrothérapie — Kinésithérapie — Thermothérapie — Electrothérapie — Radiumthérapie, par les Drs **A. MARTINET, MOUGEOT, DESFOSSES, DUREY, DUCROQUET, DELHERM, DOMINICI**. 1 *vol. in-8° de* XVI-633 *pages, avec* 170 *figures et* 3 *planches* **8** fr.

Clinique Hydrologique,

par les docteurs **F. BARADUC — FÉLIX BERNARD — M. E. BINET — J. COTTET — L. FURET — A. PIATOT — G. SERSIRON — A. SIMON — E. TARDIF** (du Mont-Dore). 1 *vol. in-8° de* X-636 *pages* **7** fr.

Digitized by Google

RÉCENTES PUBLICATIONS

Traité de Chimie Minérale

PUBLIÉ SOUS LA DIRECTION DE **HENRI MOISSAN**, Membre de l'Institut

5 forts volumes grand in-8°, avec figures. **150** fr.

TOME I. **Métalloïdes. 28** fr. — T. II. **Métalloïdes. 22** fr. — T. III. **Métaux. 34** fr. — T. IV. **Métaux. 36** fr. — T. V. **Métaux 34** fr.

Traité d'Analyse chimique quantitative,

par R. **FRESENIUS**, *8e édition française*, d'après la 6e *éd. allemande*, par le Dr **L. Gautier**. 2 vol. in-8°, 1652 pages (430 fig.) **18** fr.

Traité de Chimie appliquée

par **C. CHABRIÉ**, professeur de Chimie appliquée à la Faculté de Paris. 2 vol., 1594 pages (484 figures), reliés toile. **44** fr.

Traité de Chimie industrielle,

par **WAGNER** et **FISCHER**. *4e édition française* rédigée d'après la 15e *édition allemande*, par le Dr **L. Gautier**. 2 vol. gr. in-8°, 1830 pages (1033 figures). **35** fr.

TRAITÉ DE

l'Inspection des Viandes

de boucherie, des volailles et gibiers, des poissons, crustacés et mollusques, par **J. RENNES**. 1 *vol. grand in-8°, de* VIII-368 *pages, avec* 45 *planches*. **15** fr.

GUIDE PRATIQUE

de police sanitaire et d'hygiène vétérinaires

par **J. RENNES**, ex-inspecteur du service sanitaire de la Seine, vétérinaire départemental de Seine-et-Oise. Préface de **M. LECLAINCHE**,

1 volume petit in-8, 247 pages. **3** fr.

Formulaire de l'Électricien

et du Mécanicien

de **E. HOSPITALIER**

(*Vingt-septième édition — 1913*)

Par **G. ROUX**

Expert près le Tribunal civil de la Seine,

1 *vol. in-16 tiré sur papier très mince, relié toile souple* . . **10** fr.

Digitized by Google

MASSON ET Cie, ÉDITEURS

Cours élémentaire de Zoologie

Par Rémy PERRIER

Chargé du cours de Zoologie pour le certificat d'études physiques, chimiques et naturelles (P.C.N.) à la Faculté des Sciences de l'Université de Paris.

QUATRIÈME ÉDITION, ENTIÈREMENT REFONDUE

1 vol. in-8°, de 871 pag., avec 765 fig. dans le texte. Relié toile. **12** fr.

TRAITÉ DE ZOOLOGIE

Par Edmond PERRIER

Membre de l'Institut et de l'Académie de Médecine, Directeur du Muséum d'Histoire naturelle.

Fasc. I : **Zoologie générale,** *avec 458 figures* **12** fr.
Fasc. II : **Protozoaires et Phytozoaires,** *avec 243 figures* **10** fr.
Fasc. III : **Arthropodes,** *avec 278 figures* **8** fr.
Fasc. IV : **Vers et Mollusques,** *avec 566 figures* **6** fr.
Fasc. V : **Amphioxus, Tuniciers,** *avec 97 figures* . . . **6** fr.
Fasc. VI : **Poissons,** *avec 190 figures* **10** fr.
Fasc. VII et dernier : **Vertébrés marcheurs.** (*En préparation.*)

Zoologie pratique basée sur la dissection des Animaux les plus répandus, par **L. JAMMES,** professeur adjoint à l'Université de Toulouse. *1 volume gr. in-8°, avec 317 figures. Relié toile* **18** fr.

Éléments de botanique, par **Ph. VAN TIEGHEM,** Secrétaire perpétuel de l'Académie des Sciences, professeur au Muséum. *Quatrième édition. 2 vol. in-18, avec 587 fig. Reliés toile.* **12** fr.

L'ÉLECTRICITÉ

et ses Applications

Par le Dr L. GRAETZ

Professeur à l'Université de Munich.

Traduit sur la quinzième édition allemande par **Georges TARDY,** Ingénieur Conseil. Préface par **H. LÉAUTÉ,** Membre de l'Institut.

1 *vol. grand in-8° de* XX-640 *pages avec* 627 *fig. Relié toile.* **12** fr.

Digitized by Google

Digitized by Google

Digitized by Google

A 60-12
R MS 79

Digitized by Google

ECA DE CATALUNYA
1001928461
Digitized by Google